एकक-7

# क्रमबद्ध गुणात्मक विश्लेषण

विश्लेषण का अर्थ हमेशा पदार्थ को इसके चरम अवयवों में तोड़ना नहीं होता। पदार्थ की प्रकृति ज्ञात करना और इसके अवयवों की पहचान करना भी विश्लेषण होता है और इसे गुणात्मक विश्लेषण कहते हैं। अकार्बनिक लवणों के गुणात्मक विश्लेषण का अर्थ लवण में अथवा लवणों के मिश्रण में उपस्थित धनायनों और ऋणायनों की पहचान करना है। अकार्बनिक लवण, अम्ल के क्षारक द्वारा अथवा विलोम प्रक्रिया द्वारा संपूर्ण अथवा आंशिक उदासीनीकरण से प्राप्त होते हैं। लवण बनने में अम्ल द्वारा दिया गया भाग ऋणायन और क्षारक द्वारा प्रदत्त भाग धनायन कहलाता है। उदाहरणार्थ, $CuSO_4$ और NaCl लवणों में $Cu^{2+}$ और $Na^+$ धनायन हैं और $SO_4^{2-}$ एवं $Cl^-$ ऋणायन हैं। गुणात्मक विश्लेषण अनेक मापक्रमों पर किए जाते हैं। इनमें पदार्थ की अलग-अलग मात्रा प्रयुक्त होती है। बृहत् विश्लेषण (Macro analysis) में 0.1 से 0.5 g पदार्थ और लगभग 20 mL विलयन प्रयुक्त होता है। अंशसूक्ष्म विश्लेषण (semi micro analysis) में 0.05 g पदार्थ और 1 mL विलयन की आवश्यकता होती है जबकि सूक्ष्म विश्लेषण के लिए बहुत कम मात्रा की आवश्यकता होती है। विश्लेषण ऐसी अभिक्रियाओं द्वारा किया जाता है जिनका बोध हमें अपनी देखने और सूंघने वाली ज्ञानेंद्रियों द्वारा हो सकता हैं। ऐसी अभिक्रियाओं में–

(क) अवक्षेप बनना

(ख) रंग में परिवर्तन और

(ग) गैस निकलना इत्यादि सम्मिलित होता है।

अकार्बनिक लवण का क्रमबद्ध विश्लेषण निम्नलिखित चरणों में होता है–

(i) ठोस लवण और उसके विलयन का प्राथमिक परीक्षण।

(ii) विलयन में अभिक्रियाओं द्वारा ऋणायन का निर्धारण (आर्द्र परीक्षण) और संपुष्टि परीक्षण।

(iii) विलयन में अभिक्रियाओं द्वारा धनायन का निर्धारण (आर्द्र परीक्षण) और संपुष्टि परीक्षण।

ठोस लवण का प्राथमिक परीक्षण कभी-कभी बहुत महत्वपूर्ण जानकारी देता है, जिससे आगे का विश्लेषण आसान हो जाता है। यद्यपि यह परीक्षण परिणाम नहीं देते परन्तु कभी-कभी किन्हीं ऋणायनों अथवा धनायनों की उपस्थिति का महत्वपूर्ण संकेत देते हैं। यह परीक्षण 10-15 मिनट में किए जा सकते हैं। इनमें रंग, गंध और विलेयता इत्यादि जैसे सामान्य रंग-रूप और भौतिक गुणों को नोट करना और ठोस लवण के शुष्क-परीक्षण नामक परीक्षण करना सम्मिलित होता है। इन्हें शुष्क परीक्षण कहते हैं।

शुष्क लवण को गरम करना, ब्लो पाइप परीक्षण, ज्वाला परीक्षण, सुहागा मनका परीक्षण (borex bead test), सोडियम कार्बोनेट मनका परीक्षण, चारकोल कोटरिका परीक्षण (charcoal cavity test) इत्यादि शुष्क परीक्षण के अंतर्गत आते हैं। इनमें से कुछ परीक्षण इसी एकक में बाद में दिये गए हैं।

लवण की जल में विलेयता और जलीय विलयन की pH से लवण में उपस्थित आयनों के विषय में महत्वपूर्ण जानकारी मिलती है। यदि लवण का विलयन अम्लीय अथवा क्षारकीय प्रकृति का हो तो इसका अर्थ है कि यह जलीय विलयन में जल अपघटित हो रहा है। यदि विलयन क्षारकीय प्रकृति का हो तो लवण कोई कार्बोनेट या सल्फाइड इत्यादि हो सकता है। यदि विलयन अम्लीय प्रकृति दर्शाता है तो यह अम्लीय लवण अथवा दुर्बल क्षार और प्रबल अम्ल से बना लवण हो सकता है। इस स्थिति में विलयन को ऋणायनों के परीक्षण से पहले सोडियम कार्बोनेट से उदासीन कर लेना सर्वोत्तम होता है।

तनु $H_2SO_4$/तनु HCl और सांद्र $H_2SO_4$ द्वारा प्राथमिक परीक्षण में निकलने वाली गैसें भी अम्लीय मूलकों के विषय में अच्छा संकेत देती हैं (देखें सारणी 7.1 और 7.3)। आयनों के संपुष्टि परीक्षणों से पहले प्राथमिक परीक्षण अवश्य करने चाहिए।

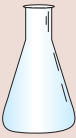
## प्रयोग 7.1

### उद्देश्य

निम्नलिखित में से एक धनायन और एक ऋणायन का परीक्षण करना–

धनायन - $Pb^{2+}$, $Cu^{2+}$, $As^{3+}$, $Al^{3+}$, $Fe^{3+}$, $Mn^{2+}$, $Ni^{2+}$, $Zn^{2+}$, $Co^{2+}$, $Ca^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ba^{2+}$, $Mg^{2+}$, $NH_4^+$

ऋणायन - $CO_3^{2-}$, $S^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $SO_4^{2-}$, $NO_2^-$, $NO_3^-$, $Cl^-$, $Br^-$, $I^-$, $PO_4^{3-}$, $C_2O_4^{2-}$, $CH_3COO^-$

(अघुलनशील लवण सम्मिलित नहीं होंगे)

### सिद्धांत

विश्लेषण में अत्यन्त उपयोगी दो मूल सिद्धांत निम्नलिखित हैं-

(i) विलेयता गुणनफल और (ii) उभयनिष्ठ आयन प्रभाव

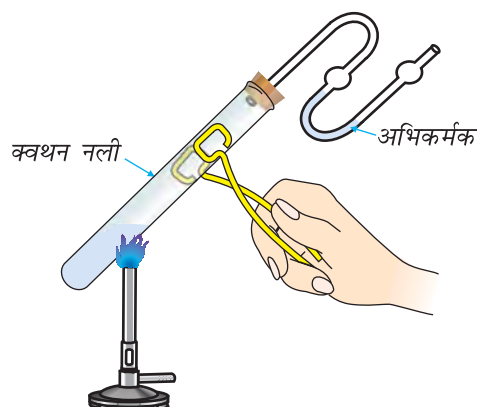
जब लवण का आयनिक गुणनफल विलेयता गुणनफल से अधिक हो जाता है तो अवक्षेपण हो जाता है। लवण के आयनिक गुणनफल को उभयनिष्ठ आयन प्रभाव द्वारा नियंत्रित किया जाता है जिसके विषय में आप रसायन की पाठ्यपुस्तक में पढ़ चुके हैं।

### आवश्यक सामग्री

- क्वथन नली – आवश्यकतानुसार
- परखनलियाँ – आवश्यकतानुसार
- मापक सिलिंडर – एक
- परखनली स्टैंड – एक
- परखनली होल्डर – एक
- निकास नली – एक
- कॉर्क – आवश्यकतानुसार
- निस्यंदक पत्र – आवश्यकतानुसार
- अभिकर्मक – आवश्यकतानुसार

## ऋणायनों का क्रमबद्ध विश्लेषण

*चित्र 7.1 – गैस का परीक्षण*

### चरण I – तनु सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा प्राथमिक परीक्षण

इस परीक्षण में लवण पर तनु सल्फ्यूरिक अम्ल की अभिक्रिया (जिसकी प्रक्रिया नीचे दी गई है) कक्ष ताप पर और गरम करके नोट की जाती है। कार्बोनेट ($CO_3^{2-}$), सल्फाइड ($S^{2-}$), सल्फाइट ($SO_3^{2-}$), नाइट्राइट ($NO_2^-$) और ऐसीटेट ($CH_3COO^-$) तनु सल्फ्यूरिक अम्ल के साथ अभिक्रिया करके अलग-अलग गैस देते हैं। निकली हुई गैसों के गुणधर्मो के अध्ययन से ऋणायनों के विषय में सूचना प्राप्त होती है। गैसों के अभिलक्षणिक गुणधर्म संक्षेप में सारणी 7.1 में नीचे दिए गए हैं।

### प्रक्रिया

परखनली में 0.1 g लवण लेकर उसमें 1-2 mL तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। यदि कमरे के ताप पर अभिक्रिया मिश्रण में कोई परिवर्तन हो तो ध्यान दें। यदि कोई गैस न निकले तो परखनली की सामग्री को गरम करें (चित्र 7.1) और निकली हुई गैस की पहचान सारणी 7.1 देखकर करें।



**सारणी 7.1 – तनु सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा प्राथमिक परीक्षण**

| प्रेक्षण | अनुमान | |
|---|---|---|
| | निकली गैस | संभावित ऋणायन |
| तेज बुदबुदाहट के साथ एक रंगहीन गंधहीन गैस निकलती है जो चूने के पानी को दूधिया कर देती है। | $CO_2$ | कार्बोनेट ($CO_3^{2-}$) |
| सड़े अंडे जैसी गंध वाली एक रंगहीन गैस निकलती है जो लेड ऐसीटेट पत्र को काला कर देती है। | $H_2S$ | सल्फाइड ($S^{2-}$) |
| जलती हुई गंधक की तीखी गंध वाली एक रंगहीन गैस निकलती है, जो पोटैशियम डाइक्रोमेट के अम्लीय विलयन को हरा कर देती है। | $SO_2$ | सल्फाइट ($SO_3^{2-}$) |
| भूरे धूम निकलते हैं, जो स्टार्च युक्त अम्लीय पोटैशियम आयोडाइड विलयन को नीला कर देते हैं। | $NO_2$ | नाइट्राइट ($NO_2^-$) |
| सिरके की गंध वाले रंगहीन धूम निकलते हैं, जो नीले लिटमस को लाल कर देते हैं। | $CH_3COOH$ के धूम | ऐसीटेट ($CH_3COO^-$) |

## $CO_3^{2-}$ $S^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $NO_2^-$ और $CH_3COO^-$ के संपुष्टि परीक्षण

यदि लवण जल में घुलनशील हो तो अम्लीय मूलकों के संपुष्टि परीक्षण (आर्द्र परीक्षण) **जलीय निष्कर्ष** द्वारा और यदि लवण अघुलनशील हो तो **सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष** द्वारा किए जाते हैं। कार्बोनेट ($CO_3^{2-}$) का संपुष्टि परीक्षण लवण के जलीय विलयन में किया जाता है अथवा ठोस लवण प्रयुक्त करते हैं क्योंकि सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष में कार्बोनेट आयन होते हैं। जलीय निष्कर्ष लवण को जल में घोल कर बनाया जाता है। सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष बनाना नीचे दिया गया है–

### सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष बनाना

पॉर्सिलेन प्याली अथवा क्वथन नली में 1g लवण लें। इसमें लगभग 3 g ठोस सोडियम कार्बोनेट और 15 mL आसुत जल मिलाएं। सामग्री को विलोडित करते हुए 10 मिनट तक उबालें। ठंडा करके निस्यंदित करें और निस्यंद को सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेबल करें।

तनु सल्फ्यूरिक अम्ल के साथ अभिक्रिया करने वाले ऋणायनों के संपुष्टि परीक्षण नीचे सारणी 7.2 में दिए गए हैं।

**सारणी 7.2 – $CO_3^{2-}$, $S^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $NO_2^-$ और $CH_3COO^-$ के निर्धारण परीक्षण**

| ऋणायन | संपुष्टि परीक्षण |
|---|---|
| कार्बोनेट ($CO_3^{2-}$) | परखनली में 0.1 g लवण लेकर तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। तेज बुदबुदाहट के साथ $CO_2$ गैस निकलती है, जो चूने के पानी को दूधिया कर देती है। कुछ अधिक समय तक गैस प्रवाहित करने से दूधियापन विलुप्त हो जाता है। |
| सल्फाइड ($S^{2-}$) | 1 mL जलीय विलयन या सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर इसमें एक बूँद सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड विलयन मिलाएं। नीललोहित अथवा बैंगनी रंग प्राप्त होता है। |
| *सल्फाइट ($SO_3^{2-}$) | (क) एक परखनली में 1 mL जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर बेरियम क्लोराइड विलयन मिलाएं। श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घुल जाता है और सल्फर डाइऑक्साइड गैस भी निकलती है।<br>(ख) एक परखनली में चरण 'क' का अवक्षेप लेकर उसमें तनु $H_2SO_4$ से अम्लीकृत पोटैशियम परमैंगनेट विलयन की कुछ बूँदें मिलाएं। पोटैशियम परमैंगनेट विलयन का रंग विलुप्त हो जाता है। |
| नाइट्राइट ($NO_2^-$) | (क) एक परखनली में 1 mL जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर कुछ बूँदें पोटैशियम आयोडाइड विलयन की और कुछ बूँदें स्टार्च विलयन की मिलाने के बाद ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करने से नीला रंग प्राप्त होता है।<br>(ख) 1 mL जलीय विलयन को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें। 2-3 बूँदें सल्फैनिलिक अम्ल के विलयन की मिलाने के बाद 2-3 बूँदें 1-नैफ्थाइल ऐमीन अभिकर्मक की मिलाएं। लाल रंग प्राप्त होना नाइट्राइट आयन की उपस्थिति इंगित करता है। |

* *$CO_2$ गैस की भाँति सल्फर डाइऑक्साइड गैस भी चूने के पानी को दूधिया कर देती है। परन्तु $CO_2$ रंगहीन और गंधहीन गैस होती है और $SO_2$ गैस की अभिलक्षणिक गंध होती है।*

| | |
|---|---|
| ऐसीटेट ($CH_3COO^-$) | (क) चाइना डिश में 0.1 g लवण लेकर 1 mL एथेनॉल और 0.2 mL सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाकर गरम करें। फलों जैसी गंध ऐसीटेट आयन की उपस्थिति संपुष्ट करती है।<br>(ख) एक परखनली में 0.1 g लवण लेकर 1-2 mL आसुत जल मिलाकर अच्छी तरह हिलाएं और आवश्यक हो तो निस्यंदित कर लें। निस्यंद में 1-2 mL उदासीन** फेरिक क्लोराइड विलयन मिलाएं। गहरा लाल रंग प्राप्त होता है जो विलयन को गरम करने से विलुप्त हो जाता है और भूरे-लाल रंग का अवक्षेप बन जाता है। |

** *उदासीन फेरिक क्लोराइड विलयन बनाना - 1 mL फेरिक क्लोराइड विलयन में हिलाते हुए तनु NaOH विलयन को बूँद-बूँद कर स्थाई परन्तु थोड़ा अवक्षेप आने तक डालें। इसे निस्यंदित कर लें और विश्लेषण के लिए निस्यंद का उपयोग करें।*

## संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

### 1. कार्बोनेट आयन [$CO_3^{2-}$] का परीक्षण

यदि ठोस लवण में तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाने से तेज़ बुदबुदाहट के साथ रंगहीन और गंधहीन गैस निकले तो इससे कार्बोनेट आयन की उपस्थिति इंगित होती है। गैस चूने के पानी को $CaCO_3$ बनने के कारण दूधिया कर देती है (चित्र 7.1)।

$$Na_2CO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + H_2O + CO_2$$

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \longrightarrow CaCO_3 + H_2O$$

यदि चूने के पानी से अधिक $CO_2$ प्रवाहित की जाए तो जल में घुलनशील कैल्सियम हाइड्रोजन कार्बोनेट बनने के कारण, दूधिया रंग विलुप्त हो जाता है।

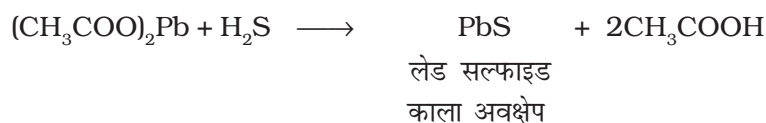
$$CaCO_3 + CO_2 + H_2O \longrightarrow Ca(HCO_3)_2$$

### 2. सल्फाइड आयन [$S^{2-}$] का परीक्षण

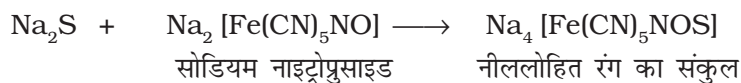
(क) तनु $H_2SO_4$ के साथ गरम करने पर सल्फाइड लवण हाइड्रोजन सल्फाइड गैस देते हैं जिसकी गंध सड़े अंडे जैसी होती है। लेड ऐसीटेट विलयन से भीगा हुआ निस्यंद-पत्र इसके संपर्क में आने पर लेड सल्फाइड बनने के कारण काला हो जाता है।

*हाइड्रोजन सल्फाइड*

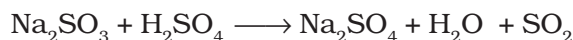
$$Na_2S + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + H_2S$$

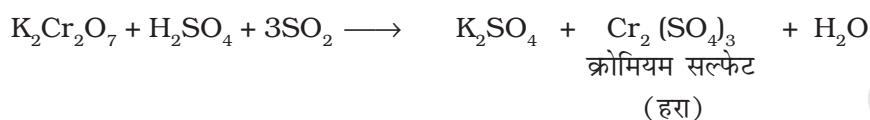
$$(CH_3COO)_2Pb + H_2S \longrightarrow \underset{\text{लेड सल्फाइड काला अवक्षेप}}{PbS} + 2CH_3COOH$$

(ख) यदि लवण जल में घुलनशील हो तो लवण का जलीय विलयन लेकर इसे अमोनियम हाइड्रॉक्साइड द्वारा क्षारकीय बना लें और सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड विलयन मिलाएं। यदि यह जल में घुलनशील न हो तो सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को लेकर इसमें सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड विलयन

की कुछ बूँदें मिलाएं। संकुल यौगिक $Na_4[Fe(CN)_5NOS]$ बनने के कारण नीललोहित अथवा बैंगनी रंग प्राप्त होना लवण में सल्फाइड आयन की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

$$Na_2S + \underset{\text{सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड}}{Na_2[Fe(CN)_5NO]} \longrightarrow \underset{\text{नीललोहित रंग का संकुल}}{Na_4[Fe(CN)_5NOS]}$$

## 3. सल्फाइट आयन [$SO_3^{2-}$] का परीक्षण

(क) सल्फाइट लवण को तनु सल्फ्यूरिक अम्ल के साथ गरम करने पर $SO_2$ गैस निकलती है जो गंधक के जलने जैसी गंध वाली दमघोंटू गैस होती है।

$$Na_2SO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + H_2O + SO_2$$

यह गैस तनु $H_2SO_4$ से अम्लीकृत किए गए पोटैशियम डाइक्रोमेट पत्र को हरा कर देती है।

$$K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4 + 3SO_2 \longrightarrow K_2SO_4 + \underset{\substack{\text{क्रोमियम सल्फेट} \\ \text{(हरा)}}}{Cr_2(SO_4)_3} + H_2O$$

(ख) लवण का जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष, बेरियम क्लोराइड विलयन में मिलाने पर बेरियम सल्फाइट का श्वेत अवक्षेप देता है।

यह अवक्षेप निम्नलिखित परीक्षण देता है-

$$Na_2SO_3 + BaCl_2 \longrightarrow 2NaCl + BaSO_3$$

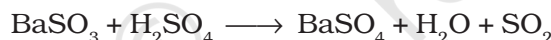
(i) तनु HCl में सल्फाइट के अपघटन के कारण अवक्षेप इसमें घुल जाता है। निकलने वाली $SO_2$ गैस का परीक्षण किया जा सकता है।

बेरियम के यौगिक

$$BaSO_3 + 2HCl \longrightarrow BaCl_2 + H_2O + SO_2$$

(ii) सल्फाइट का अवक्षेप अम्लीकृत पोटैशियम परमैंगनेट विलयन को रंगहीन कर देता है।

पोटैशियम परमैंगनेट

$$BaSO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow BaSO_4 + H_2O + SO_2$$
$$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + 5[O]$$
$$SO_2 + H_2O + [O] \longrightarrow H_2SO_4$$

## 4. नाइट्राइट आयन [$NO_2^-$] का परीक्षण

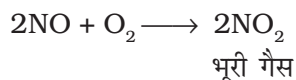
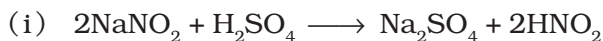
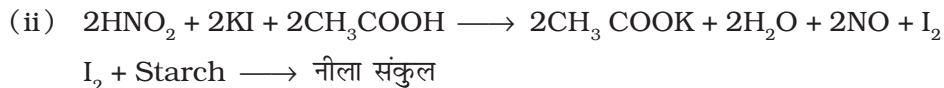
(क) ठोस नाइट्राइट लवण में तनु $H_2SO_4$ मिलाकर गरम करने से $NO_2$ गैस के भूरे-लाल धूम निकलते हैं। लवण के विलयन में पोटैशियम आयोडाइड विलयन मिलाने के बाद ताज़ा बना स्टार्च विलयन मिलाकर ऐसीटिक अम्ल द्वारा अम्लीकृत करने पर नीला रंग प्राप्त होता है। वैकल्पिक रूप से पोटैशियम आयोडाइड और स्टार्च के विलयन तथा ऐसीटिक अम्ल की कुछ बूँदों से भीगा हुआ फिल्टर पत्र गैस के संपर्क में आने पर निकली हुई आयोडीन की स्टार्च द्वारा अन्योन्यक्रिया के कारण नीला हो जाता है।

(i) $2NaNO_2 + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + 2HNO_2$

$3HNO_2 \longrightarrow HNO_3 + 2NO + H_2O$

$$2NO + O_2 \longrightarrow \underset{\text{भूरी गैस}}{2NO_2}$$

(ii) $2HNO_2 + 2KI + 2CH_3COOH \longrightarrow 2CH_3COOK + 2H_2O + 2NO + I_2$

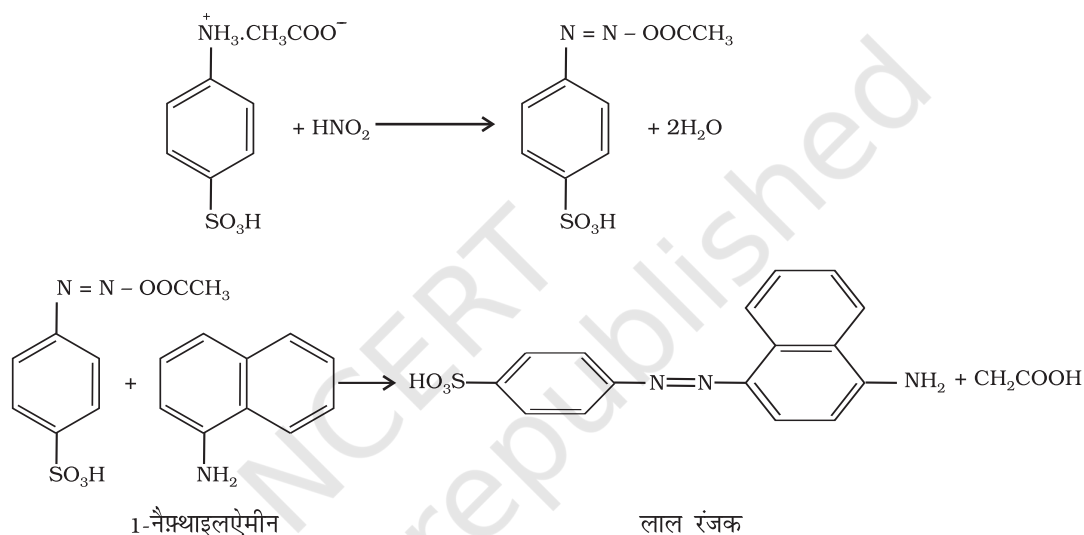
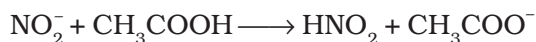
$I_2$ + Starch $\longrightarrow$ नीला संकुल

(ख) सल्फैनिलिक अम्ल-1-नैफ़्थाइलऐमीन अभिकर्मक (ग्रीस-इलॉस्वे परीक्षण)

ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष में सल्फैनिलिक अम्ल और 1-नैफ़्थाइलऐमीन मिलने पर अभिक्रिया में बने नाइट्रस अम्ल द्वारा सल्फैनिलिक अम्ल डाइऐज़ोकृत हो जाता है। डाइऐज़ोकृत अम्ल 1-नैफ़्थाइलऐमीन से युग्मित होकर लाल रंजक बनाता है।

$$NO_2^- + CH_3COOH \longrightarrow HNO_2 + CH_3COO^-$$

$\overset{+}{N}H_3.CH_3COO^-$ (p-$SO_3H$ बेंज़ीन) + $HNO_2$ $\longrightarrow$ $N = N - OOCCH_3$ (p-$SO_3H$ बेंज़ीन) + $2H_2O$

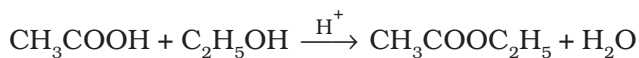
$N = N - OOCCH_3$ (p-$SO_3H$ बेंज़ीन) + 1-नैफ़्थाइलऐमीन ($NH_2$) $\longrightarrow$ $HO_3S$–$C_6H_4$–N=N–$C_{10}H_6$–$NH_2$ + $CH_3COOH$

1-नैफ़्थाइलऐमीन　　　　लाल रंजक

परीक्षण विलयन बहुत तनुकृत होना चाहिए। सांद्र विलयन में अभिक्रिया डाइऐज़ोकरण से आगे नहीं बढ़ती।

## 5. ऐसीटेट आयन [$CH_3COO^-$] का परीक्षण

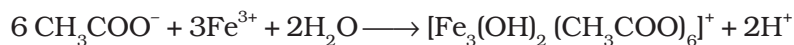
(क) यदि लवण की तनु $H_2SO_4$ से अभिक्रिया करने से सिरके जैसी गंध आती है तो यह ऐसीटेट आयन की उपस्थिति इंगित करता है। चाइना डिश में 0.1 g लवण लेकर इसमें 1 mL एथेनॉल मिलाएं। इसके बाद 0.2 mL सांद्र $H_2SO_4$ मिलाकर गरम करें। ऐथिल ऐसीटेट की फलों जैसी गंध $CH_3COO^-$ आयन की उपस्थिति इंगित करती है।

$$2\,CH_3COONa + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + 2\,CH_3COOH$$

$$CH_3COOH + C_2H_5OH \xrightarrow{H^+} CH_3COOC_2H_5 + H_2O$$

ऐथिल ऐसीटेट
फलों जैसी गंध

(ख) ऐसीटेट उदासीन फेरिक क्लोराइड विलयन से अभिक्रिया द्वारा संकुल आयन बनने के कारण गहरा लाल रंग देता है। गरम करने पर संकुल टूट जाता है और आयरन(III)डाइहाइड्रॉक्सीऐसीटेट का भूरा-लाल अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$6\,CH_3COO^- + 3Fe^{3+} + 2H_2O \longrightarrow [Fe_3(OH)_2\,(CH_3COO)_6]^+ + 2H^+$$

$$[Fe_3(OH)_2\,(CH_3COO)_6]^+ + 4H_2O \longrightarrow 3[Fe\,(OH)_2\,(CH_3COO)] + 3CH_3COOH + H^+$$

आयरन(III)डाइहाइड्रॉक्सीऐसीटेट
(भूरा-लाल अवक्षेप)

## चरण II – सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा प्राथमिक परीक्षण

यदि तनु सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा परीक्षण से कोई सकारात्मक परिणाम प्राप्त न हो तो परखनली में 0.1 g लवण लेकर सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल की 3-4 बूँदें मिलाएं। अभिक्रिया मिश्रण में होने वाले परिवर्तन का अवलोकन पहले ठंडे में करें और फिर गरम करें। निकलने वाली गैस की पहचान करें। (देखें सारणी 7.3)।

**सारणी 7.3 – सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा प्राथमिक परीक्षण**

| प्रेक्षण | अनुमान | |
|---|---|---|
| | निकली गैस / धूम | संभावित ऋणायन |
| तीखी गंध वाली रंगहीन गैस निकलती है, जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड से भीगी कांच की छड़ परखनली के मुँह के पास लाने पर सघन और श्वेत धूम देती है। | HCl | क्लोराइड ($Cl^-$) |
| तीखी गंध वाली लाल-भूरी गैस निकलती है। अभिक्रिया मिश्रण में ठोस $MnO_2$ मिलाकर गरम करने पर लालपन लिए गैस सघन हो जाती है। विलयन का रंग भी लाल हो जाता है। | $Br_2$ के धूम | ब्रोमाइड ($Br^-$) |
| बैंगनी रंग के धूम निकलते हैं जो स्टार्च पत्र को नीला कर देते हैं और परखनली की दीवारों पर बैंगनी रंग के ऊर्ध्वपातज (sublimate) की परत बन जाती है। अभिक्रिया मिश्रण में $MnO_2$ मिलाने पर धूम और सघन हो जाते हैं। | $I_2$ के धूम | आयोडाइड ($I^-$) |
| भूरे धूम निकलते हैं जो अभिक्रिया मिश्रण को ताँबे की छीलन मिलाकर गरम करने से सघन हो जाते हैं और विलयन नीला हो जाता है। | $NO_2$ | नाइट्रेट ($NO_3^-$) |
| रंगहीन गंधहीन गैस निकलती है जो चूने के पानी को दूधिया कर देती है। चूने के पानी से बाहर निकली गैस जलाने पर नीली ज्वाला से जलती है। | CO और $CO_2$ | ऑक्सैलेट ($C_2O_4^{2-}$) |

सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल से अभिक्रिया करने वाले ऋणायनों के संपुष्टि परीक्षण सारणी 7.4 में दिए हैं।

**सारणी 7.4 – $Cl^-$, $Br^-$, $I^-$, $NO_3^-$ और $C_2O_4^{2-}$ के संपुष्टि परीक्षण**

| ऋणायन | संपुष्टि परीक्षण |
|---|---|
| क्लोराइड ($Cl^-$) | (क) परखनली में 0.1 g लवण लेकर एक चुटकी मैंगनीज डाइऑक्साइड और 2-3 बूँदें सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल की मिलाकर अभिक्रिया मिश्रण को गरम करें। हरित-पीली क्लोरीन गैस निकलती है जो तीखी गंध और विरंजक गुण द्वारा पहचानी जाती है।<br>(ख) एक परखनली में 1 mL सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर उसे तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत करें (या जलीय विलयन लें) और सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाएं। दही जैसा श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है, जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में घुलनशील होता है।<br>(ग) एक परखनली में 0.1 g लवण और एक चुटकी ठोस पोटैशियम डाइक्रोमेट लेकर सांद्र $H_2SO_4$ मिलाएं और गरम करें और निकलने वाली गैस को सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में से प्रवाहित करें। यह पीला हो जाता है। विलयन को दो भागों में बाँट लें एक भाग को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और लेड ऐसीटेट विलयन मिलाएं। पीला अवक्षेप प्राप्त होता है। दूसरे भाग को सल्फ्यूरिक अम्ल से अम्लीकृत करें और 1 mL ऐमिल ऐल्कोहॉल मिलाने के बाद 1 mL, 10% हाइड्रोजन परॉक्साइड मिलाएं। हल्का सा हिलाने से कार्बनिक परत नीली हो जाती है। |
| ब्रोमाइड ($Br^-$) | (क) एक परखनली में 0.1 g लवण और एक चुटकी $MnO_2$ लेकर 3-4 बूँदें सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल की मिलाकर गरम करें। सघन भूरे धूम निकलते हैं।<br>(ख) 1 mL सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अम्लीकृत करें (या जलीय निष्कर्ष लें)। 1 mL कार्बनटेट्राक्लोराइड ($CCl_4$)/ क्लोरोफॉर्म ($CHCl_3$)/ कार्बन डाइसल्फाइड मिलाएं। अब बूँद-बूँद करके क्लोरीन जल अधिक्य में मिलाएं और परखनली को हिलाएं। कार्बनिक परत का भूरा रंग ब्रोमीन की उपस्थिति संपुष्ट करता है।<br>(ग) 1 mL सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत करें (या 1 mL जलीय निष्कर्ष लें) और सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाएं। अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में कठिनाई से घुलने वाला हल्के पीले रंग का अवक्षेप प्राप्त होता है। |
| आयोडाइड ($I^-$) | (क) लवण का हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अम्लीकृत 1 mL विलयन लेकर क्लोरोफॉर्म /कार्बन टेट्राक्लोराइड/कार्बन डाइसल्फाइड मिलाएं। अब परखनली को हिलाते हुए बूँद-बूँद करके क्लोरीन जल आधिक्य में मिलाएं। कार्बनिक परत में बैंगनी रंग उत्पन्न होता है।<br>(ख) 1 mL सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत करें (या जलीय निष्कर्ष लें) और सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाएं। अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में अविलेय पीले रंग का अवक्षेप प्राप्त होता है। |

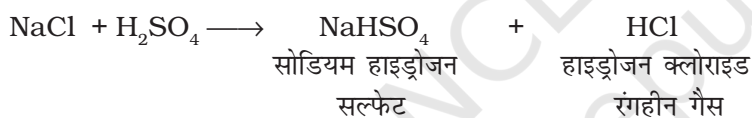
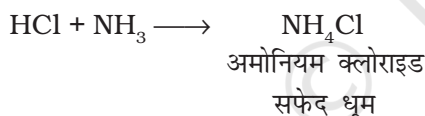
| | |
|---|---|
| *नाइट्रेट ($NO_3^-$) | एक परखनली में लवण का 1 mL जलीय विलयन या सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर उसमें 2 mL सांद्र $H_2SO_4$ अच्छी तरह मिलाएं। मिश्रण को नल के नीचे ठंडा करें। इसमें ताज़ा बना फेरस सल्फेट विलयन परखनली की दीवार के सहारे बिना हिलाए मिलाएं। दोनों विलयनों के मिलन स्थल पर एक भूरी वलय बन जाती है। |
| ऑक्सैलेट ($C_2O_4^{2-}$) | (क) ऐसीटिक अम्ल द्वारा अम्लीकृत 1 mL सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर उसमें कैल्सियम क्लोराइड विलयन मिलाएं अमोनियम ऑक्सैलेट और ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन में अविलेय परन्तु तनु हाइड्रोक्लोरिक और तनु नाइट्रिक अम्ल में विलेय सफेद अवक्षेप प्राप्त होता है।<br>(ख) परीक्षण का अवक्षेप तनु $H_2SO_4$ में घोल लें। बहुत तनुकृत $KMnO_4$ विलयन मिलाएं और गरम करें। $KMnO_4$ विलयन का रंग विलुप्त हो जाता है। निकालने वाली गैस को चूने के पानी में से प्रवाहित करें, यह दूधिया हो जाता है। |

## संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

### 1. क्लोराइड [$Cl^-$] आयन का परीक्षण

(क) यदि लवण को सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल के साथ गरम करने से एक तीखी गंध वाली रंगहीन गैस निकलती है जो अमोनिया विलयन के संपर्क से सघन सफेद धूम देती है तो लवण में $Cl^-$ आयन हो सकते हैं और निम्नलिखित अभिक्रिया होती है।

$$NaCl + H_2SO_4 \longrightarrow \underset{\text{सोडियम हाइड्रोजन सल्फेट}}{NaHSO_4} + \underset{\text{हाइड्रोजन क्लोराइड रंगहीन गैस}}{HCl}$$

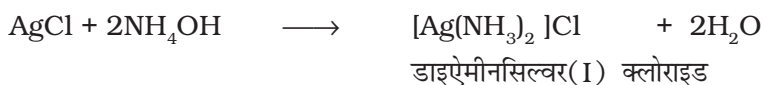
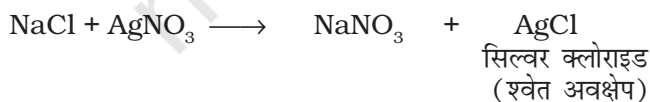
$$HCl + NH_3 \longrightarrow \underset{\text{अमोनियम क्लोराइड सफेद धूम}}{NH_4Cl}$$

सिल्वर नाइट्रेट

(ख) यदि लवण सांद्र $H_2SO_4$ और $MnO_2$ के साथ गरम करने पर फेन देता है और तीखी गंध वाली हरित-पीली गैस निकलती है तो इससे आवश्यक रूप $Cl^-$ आयनों की उपस्थिति इंगित होती है।

$$MnO_2 + 2NaCl + 2H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + MnSO_4 + 2H_2O + Cl_2$$

(ग) लवण के तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत विलयन में सिल्वर नाइट्रेट विलयन मिलाने पर दही जैसा श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है, जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में घुल जाता है। यह क्लोराइड आयनों की उपस्थिति दर्शाता है।

$$NaCl + AgNO_3 \longrightarrow NaNO_3 + \underset{\text{सिल्वर क्लोराइड (श्वेत अवक्षेप)}}{AgCl}$$

$$AgCl + 2NH_4OH \longrightarrow \underset{\text{डाइऐमीनसिल्वर(I) क्लोराइड}}{[Ag(NH_3)_2]Cl} + 2H_2O$$

**आपदा चेतावनी**

- *$AgCl/AgBr/AgI$ के अवक्षेपों को अमोनियम हाइड्रॉक्साइड में घोलने से बने विलयन रखने पर विस्फोटक हो सकते हैं। इन्हें 2 m नाइट्रिक अम्ल से अम्लीकृत करके तुरंत फेंक दें।*

* *यह परीक्षण पहले फेरस सल्फेट विलयन और बाद में सांद्र $H_2SO_4$ विलयन मिलाकर भी किया जा सकता है।*

(घ) एक परखनली में थोड़ी सी लवण की मात्रा लें और बराबर मात्रा में ठोस पोटैशियम डाइक्रोमेट ($K_2Cr_2O_7$) तथा सांद्र $H_2SO_4$ मिलाकर परखनली को गरम करें और निकली हुई गैस को सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में से प्रवाहित करें। यदि पीला विलयन प्राप्त हो तो इसे दो भागों में बाँट लें। पहले भाग को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और इसमें लेड ऐसीटेट का विलयन मिलाएं। पीले रंग का लेड क्रोमेट का अवक्षेप बनना क्लोराइड आयनों की उपस्थिति सुनिश्चित करता है। इस परीक्षण को **क्रोमिल क्लोराइड परीक्षण*** कहते हैं।

*क्रोमिल क्लोराइड*

$$4NaCl + K_2Cr_2O_7 + 6H_2SO_4 \longrightarrow 2KHSO_4 + \underset{\text{क्रोमिल क्लोराइड}}{2CrO_2Cl_2} + 4NaHSO_4 + 3H_2O$$

*लेड क्रोमेट*

$$CrO_2Cl_2 + 4NaOH \longrightarrow Na_2CrO_4 + 2NaCl + 2H_2O$$

$$(CH_3COO)_2Pb + \underset{\text{सोडियम क्रोमेट}}{Na_2CrO_4} \longrightarrow \underset{\text{लेड ऐसीटेट (पीला अवक्षेप)}}{PbCrO_4} + 2CH_3COONa$$

दूसरे भाग को तनु सल्फ्यूरिक अम्ल से अम्लीकृत करें और थोड़ी सी ऐमिल ऐल्कोहॉल मिलाने के बाद, 10% हाइड्रोजन परॉक्साइड का 1 mL विलयन मिलाएं। हल्का सा हिलाने पर कार्बनिक परत नीली हो जाती है। सोडियम हाइड्रॉक्साइड और क्रोमिल क्लोराइड की अभिक्रिया में बना $CrO_4^{2-}$ आयन हाइड्रोजन परॉक्साइड ($CrO_5$) (संरचना देखें) से अभिक्रिया करके क्रोमियम पेन्टॉक्साइड बनता है जो ऐमिल ऐल्कोहॉल में घुलकर नीला रंग देता है।

$$CrO_4^{2-} + 2H^+ + 2H_2O_2 \longrightarrow \underset{\text{क्रोमियम पेन्टॉक्साइड}}{Cr\,O_5} + 3H_2O$$

(संरचना: O—O, Cr=O, O—O)

क्रोमियम पेन्टॉक्साइड की संरचना

## 2. ब्रोमाइड आयन ($Br^-$) का परीक्षण

लवण को सांद्र $H_2SO_4$ के साथ गरम करने से लाल-भूरे रंग के ब्रोमीन के धूम अधिकता में निकलते हैं यह $Br^-$ आयनों की उपस्थिति इंगित करता है। $MnO_2$ मिलाने से धूम सघन हो जाते हैं। ब्रोमीन के वाष्प स्टार्च पत्र को पीला कर देते हैं।

$$2NaBr + 2H_2SO_4 \longrightarrow Br_2 + SO_2 + Na_2SO_4 + 2H_2O$$

$$2NaBr + MnO_2 + 2H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + MnSO_4 + 2H_2O + Br_2$$

(क) लवण के जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को तनु HCl द्वारा उदासीन करने के बाद 1 mL कार्बन टेट्राक्लोराइड ($CCl_4$)/क्लोरोफॉर्म ($CHCl_3$)** मिलाएं और ताज़ा बना क्लोरीन जल बूँद-बूँद करके मिलाएं। परखनली को अच्छी तरह हिलाएं। कार्बनिक परत में ब्रोमीन घुलने के कारण भूरे रंग का उभरना $Br^-$ आयनों की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

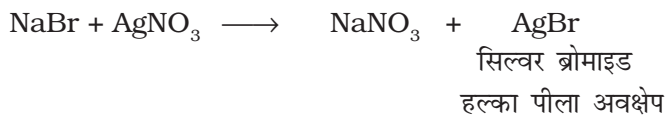
*ब्रोमीन सूंघने से अत्यधिक विषैली होती है और संक्षारक है*

$$2NaBr + Cl_2 \longrightarrow 2NaCl + Br_2$$

* *क्रोमिल क्लोराइड परीक्षण लवण की न्यूनतम मात्रा से करना चाहिए जिससे $Cr^{3+}$ आयनों से पर्यावरण को नुकसान न हो।*

** *कार्बन टेट्राक्लोराइड और क्लोरोफॉर्म के स्थान पर कार्बन डाई सल्फाइड और डाइक्लोरोमेथेन ($CH_2Cl_2$) भी काम में लाए जा सकते हैं।*

(ख) लवण के सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत करें इसमें $AgNO_3$ विलयन मिलाएं और परखनली को हिलाएं। हल्के पीले रंग का अवक्षेप प्राप्त होता है जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड में कठिनाई से घुलता है।

$$NaBr + AgNO_3 \longrightarrow NaNO_3 + \underset{\text{सिल्वर ब्रोमाइड, हल्का पीला अवक्षेप}}{AgBr}$$

## 3. आयोडाइड आयन ( $I^-$ ) के परीक्षण

(क) यदि लवण को सांद्र $H_2SO_4$ के साथ गरम करने से तीखी गंध वाले बैंगनी धूम निकलते हैं, जो स्टार्च पत्र को नीला कर देते है और परखनली की दीवारों पर ऊर्ध्वपातज जम जाता है तो इससे $I^-$ आयनों की उपस्थिति इंगित होती है। कुछ HI, सल्फर डाइऑक्साइड, हाइड्रोजन सल्फाइड और सल्फर भी निम्नलिखित अभिक्रियाओं के कारण बनती है।

*आयोडीन सूंघने और त्वचा के संपर्क में आने पर हानिकारक*

$$2NaI + 2H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + SO_2 + 2H_2O + I_2$$

$$I_2 + \text{स्टार्च विलयन} \longrightarrow \text{नीला रंग}$$

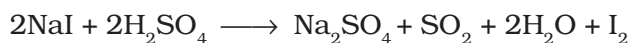
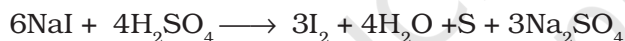
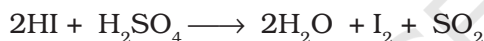
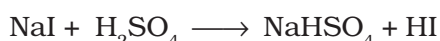
$$NaI + H_2SO_4 \longrightarrow NaHSO_4 + HI$$

*क्लोरीन सूंघने पर विषैली*

$$2HI + H_2SO_4 \longrightarrow 2H_2O + I_2 + SO_2$$

$$6NaI + 4H_2SO_4 \longrightarrow 3I_2 + 4H_2O + S + 3Na_2SO_4$$

*क्लोरोफॉर्म सूंघने पर विषैली एवं हानिकारक*

$$8NaI + 5H_2SO_4 \longrightarrow 4I_2 + H_2S + 4Na_2SO_4 + 4H_2O$$

अभिक्रिया मिश्रण में $MnO_2$ मिलाने पर बैंगनी धूम सघन हो जाते हैं।

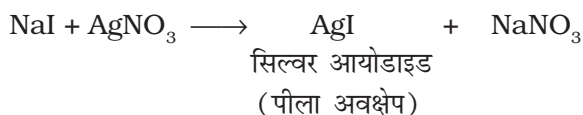
$$2NaI + MnO_2 + 2H_2SO_4 \longrightarrow I_2 + MnSO_4 + Na_2SO_4 + 2H_2O$$

(ख) लवण का तनु HCl से उदासीन किया गया सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष अथवा जलीय विलयन लेकर 1 mL क्लोरोफॉर्म ($CHCl_3$) अथवा कार्बन टेट्राक्लोराइड मिलाकर अच्छी तरह हिलाएं। कार्बनिक परत मे बैंगनी रंग का उभरना $I^-$ आयनों की उपस्थिति की संपुष्टि करता है।

$$2NaI + Cl_2 \longrightarrow 2NaCl + I_2$$

आयोडीन के कार्बनिक विलायक में घुलने से विलयन का रंग बैंगनी हो जाता है।

(ग) लवण के सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को तनु $HNO_3$ से अम्लीकृत करने के बाद $AgNO_3$ विलयन मिलाएं। अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के आधिक्य में अघुलनशील पीले रंग का अवक्षेप बनना $I^-$ आयनों की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

$$NaI + AgNO_3 \longrightarrow \underset{\text{सिल्वर आयोडाइड (पीला अवक्षेप)}}{AgI} + NaNO_3$$

### 4. नाइट्रेट आयन [$NO_3^-$] का परीक्षण

कॉपर सल्फेट

नाइट्रिक अम्ल

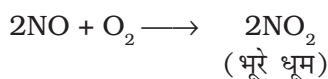
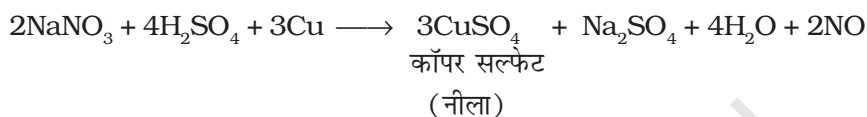
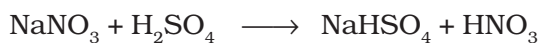
ऑक्सैलेट

(क) यदि लवण सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल के साथ गरम करने पर हल्के भूरे रंग के धूम देता है तो लवण में ताँबे की छीलन अथवा चिप्स और सांद्र $H_2SO_4$ मिलाकर गरम करें। अत्यधिक भूरे धूम निकलना $NO_3^-$ आयनों की उपस्थिति इंगित करता है। विलयन का रंग $CuSO_4$ बनने से नीला हो जाता है।

$$NaNO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow NaHSO_4 + HNO_3$$

$$4HNO_3 \longrightarrow 4NO_2 + O_2 + 2H_2O$$

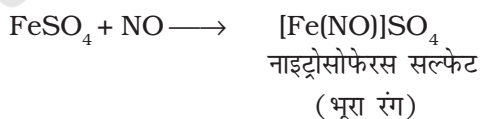
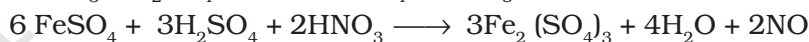
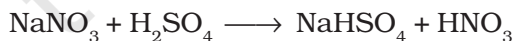
$$2NaNO_3 + 4H_2SO_4 + 3Cu \longrightarrow \underset{\text{कॉपर सल्फेट (नीला)}}{3CuSO_4} + Na_2SO_4 + 4H_2O + 2NO$$

$$2NO + O_2 \longrightarrow \underset{\text{(भूरे धूम)}}{2NO_2}$$

(ख) लवण का 1 mL जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर 2 mL सांद्र $H_2SO_4$ धीरे-धीरे मिलाएं। दोनों विलयनों को अच्छी तरह मिलाकर परखनली को नल के नीचे ठंडा करें। अब फेरस सल्फेट का ताज़ा बना विलयन परखनली की दीवार के सहारे बूँद-बूँद कर मिलाएं जिससे यह परखनली में उपस्थिति द्रव के ऊपर एक परत बना ले। दोनों विलयनों के मिलन स्थल पर नाइट्रोसोफेरस सल्फेट बनने के कारण एक भूरा वलय बन जाता है (चित्र 7.2)। वैकल्पिक रूप से पहले फेरस सल्फेट मिलाया जाता है और फिर सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाते हैं।

*चित्र 7.2 - भूरे वलय बनना*

$$NaNO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow NaHSO_4 + HNO_3$$

$$6\,FeSO_4 + 3H_2SO_4 + 2HNO_3 \longrightarrow 3Fe_2(SO_4)_3 + 4H_2O + 2NO$$

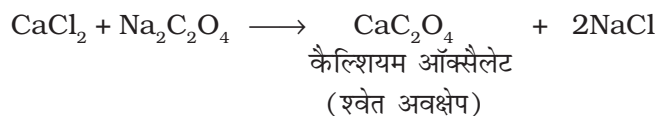
$$FeSO_4 + NO \longrightarrow \underset{\text{नाइट्रोसोफेरस सल्फेट (भूरा रंग)}}{[Fe(NO)]SO_4}$$

### 5. ऑक्सैलेट आयन [$C_2O_4^{2-}$] का परीक्षण

यदि सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल द्वारा प्राथमिक परीक्षण में कार्बन डाइऑक्साइड गैस के साथ कार्बन मोनोक्साइड गैस भी निकलती है तो यह ऑक्सैलेट आयन की उपस्थिति इंगित करती है।

$$(COONa)_2 + \text{सांद्र } H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + H_2O + CO_2\uparrow + CO\uparrow$$

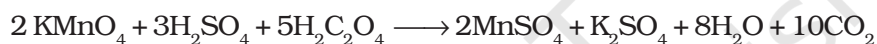
ऑक्सैलेट निम्नलिखित परीक्षणों से सुनिश्चित होता है।

(क) सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करने के बाद कैल्सियम क्लोराइड विलयन मिलाएं। अमोनियम ऑक्सैलेट और ऑक्सैलिक अम्ल के विलयन में अविलेय श्वेत अवक्षेप प्राप्त होना ऑक्सैलेट आयन की उपस्थिति इंगित करता है।

$$CaCl_2 + Na_2C_2O_4 \longrightarrow \underset{\text{कैल्शियम ऑक्सैलेट (श्वेत अवक्षेप)}}{CaC_2O_4} + 2NaCl$$

(ख) $KMnO_4$ परीक्षण

परीक्षण (क) से प्राप्त अवक्षेप को निस्यंदित करने के बाद उसमें तनु $H_2SO_4$ विलयन मिलने के बाद तनु $KMnO_4$ विलयन मिलाएं और गरम करें। $KMnO_4$ का गुलाबी रंग विलुप्त हो जाता है।

$$CaC_2O_4 + H_2SO_4 \longrightarrow \underset{\text{कैल्सियम सल्फेट}}{CaSO_4} + \underset{\text{ऑक्सैलिक अम्ल}}{H_2C_2O_4}$$

$$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 + 5H_2C_2O_4 \longrightarrow 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 8H_2O + 10CO_2$$

निकली हुई गैस को चूने के पानी में से प्रवाहित करने से श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो अधिक समय तक गैस प्रवाहित करने से घुल जाता है।

## चरण III - सल्फेट एवं फ़ॉस्फ़ेट का परीक्षण

यदि I और II चरण में कोई सकारात्मक परिणाम नहीं प्राप्त होता तो सल्फेट और फ़ॉस्फ़ेट आयनों के परीक्षण किए जाते हैं। यह परीक्षण सारणी 7.5 में संक्षेप में दिए हैं।

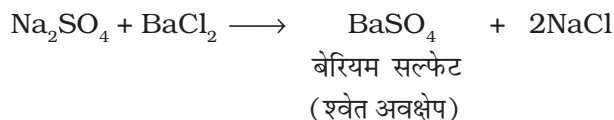
**सारणी 7.5 - सल्फेट और फ़ॉस्फ़ेट के संपुष्टि परीक्षण**

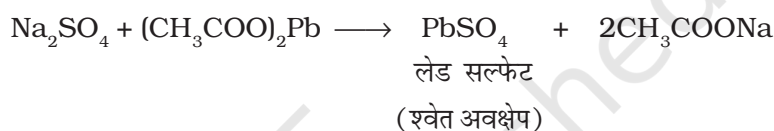
| आयन | संपुष्टि परीक्षण |
|---|---|
| सल्फेट ($SO_4^{2-}$) | (क) लवण का 1 mL जलीय विलयन या सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष लेकर उसे तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अम्लीकृत करने के बाद उसमें $BaCl_2$ विलयन मिलाएं। सांद्र HCl या सांद्र $HNO_3$ में अविलेय सफेद अवक्षेप प्राप्त होता है।<br>(ख) जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और लेड ऐसीटेट विलयन मिलाएं। श्वेत अवक्षेप का उत्पन्न होना $SO_4^{2-}$ आयनों की उपस्थिति सुनिश्चित करता है। |
| फ़ॉस्फ़ेट ($PO_4^{3-}$) | (क) लवण के जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष को सांद्र $HNO_3$ द्वारा अम्लीकृत करें और अमोनियम मोलिब्डेट विलयन मिलाएं और उबलने तक गरम करें। कैनेरी पीत अवक्षेप प्राप्त होता है। |

## संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

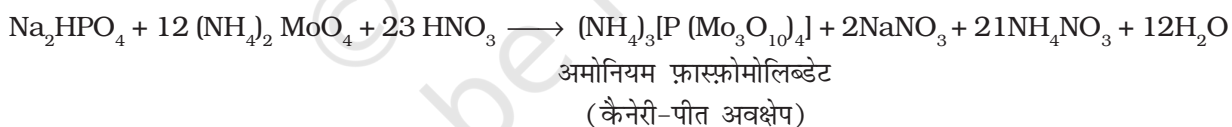
### 1. सल्फेट $[SO_4^{2-}]$ आयन का परीक्षण

(क) ऐसीटिक अम्ल द्वारा अम्लीकृत लवण का जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष, बेरियम क्लोराइड मिलाने पर सांद्र HCl या सांद्र $HNO_3$ में अविलेय बेरियम सल्फेट का अवक्षेप देता है।

$$Na_2SO_4 + BaCl_2 \longrightarrow \underset{\text{बेरियम सल्फेट (श्वेत अवक्षेप)}}{BaSO_4} + 2NaCl$$

(ख) जब ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत जलीय विलयन अथवा सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष में लेड ऐसीटेट मिलाया जाता है तो लेड सल्फेट का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$Na_2SO_4 + (CH_3COO)_2Pb \longrightarrow \underset{\text{लेड सल्फेट (श्वेत अवक्षेप)}}{PbSO_4} + 2CH_3COONa$$

### 2. फ़ॉस्फ़ेट $[PO_4^{3-}]$

(क) फ़ास्फ़ेट आयन युक्त परीक्षण विलयन में सांद्र नाइट्रिक अम्ल और अमोनियम मोलिब्डेट विलयन मिलाकर उबालें। विलयन में पीला रंग अथवा अमोनियम फ़ास्फोमोलिब्डेट $(NH_4)_3[P(Mo_3O_{10})_4]$ का कैनेरी-पीत रंग अथवा कैनेरी-पीत अवक्षेप बनता है। फ़ास्फ़ेट की प्रत्येक ऑक्सीजन $Mo_3O_{10}$ समूह से विस्थापित हो जाती है।

$$Na_2HPO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 23HNO_3 \longrightarrow \underset{\text{अमोनियम फ़ास्फ़ोमोलिब्डेट (कैनेरी-पीत अवक्षेप)}}{(NH_4)_3[P(Mo_3O_{10})_4]} + 2NaNO_3 + 21NH_4NO_3 + 12H_2O$$

## धनायनों का क्रमबद्ध विश्लेषण

धनायनों का विश्लेषण निम्नलिखित योजना के अनुसार किया जा सकता है।

### चरण I – धनायन की पहचान लिए लवण का प्राथमिक परीक्षण

#### 1. रंग परीक्षण

लवण का रंग ध्यानपूर्वक देखें। यह धनायनों के संबंध में महत्वपूर्ण जानकारी दे सकता है। सारणी 7.6 में कुछ धनायनों के लवणों के अभिलक्षणिक रंग दिए हैं।

**सारणी 7.6 – कुछ धातु आयनों के अभिलक्षणिक रंग**

| रंग | संभावित धनायन |
|---|---|
| हल्का हरा, पीला / भूरा | $Fe^{2+}$, $Fe^{3+}$ |
| नीला | $Cu^{2+}$ |
| चमकदार हरा | $Ni^{2+}$ |
| नीला, लाल, बैंगनी, गुलाबी | $Co^{2+}$ |
| हल्का गुलाबी | $Mn^{2+}$ |

### 2. शुष्क गरम करने का परीक्षण

(i) एक साफ और सूखी परखनली में 0.1 g शुष्क लवण लें।

(ii) उपरोक्त परखनली को लगभग एक मिनट तक गरम करें और अवशेष के रंग का अवलोकन करें जब यह गरम हो और फिर जब यह ठंडा हो जाए। परिवर्तन के प्रेक्षण धनायनों की उपस्थिति के विषय में सूचना देते हैं; इन्हें निर्णायक संकेत नहीं मानना चाहिए (देखें सारणी 7.7)।

**सारणी 7.7 – ठंडे और गरम लवण के रंग से अनुमान**

| ठंडे में रंग | गरम होने पर रंग | अनुमान |
|---|---|---|
| नीला | श्वेत | $Cu^{2+}$ |
| हरा | गंदला श्वेत या पीला | $Fe^{2+}$ |
| श्वेत | पीला | $Zn^{2+}$ |
| गुलाबी | नीला | $Co^{2+}$ |



### 3. ज्वाला परीक्षण

कई धातुओं के क्लोराइड ज्वाला को अभिलक्षणिक रंग प्रदान करते हैं क्योंकि यह अदीप्त (non-luminous) ज्वाला में वाष्पशील होते हैं। यह परीक्षण प्लैटिनम के तार की सहायता से निम्नलिखित प्रकार से किया जाता है।

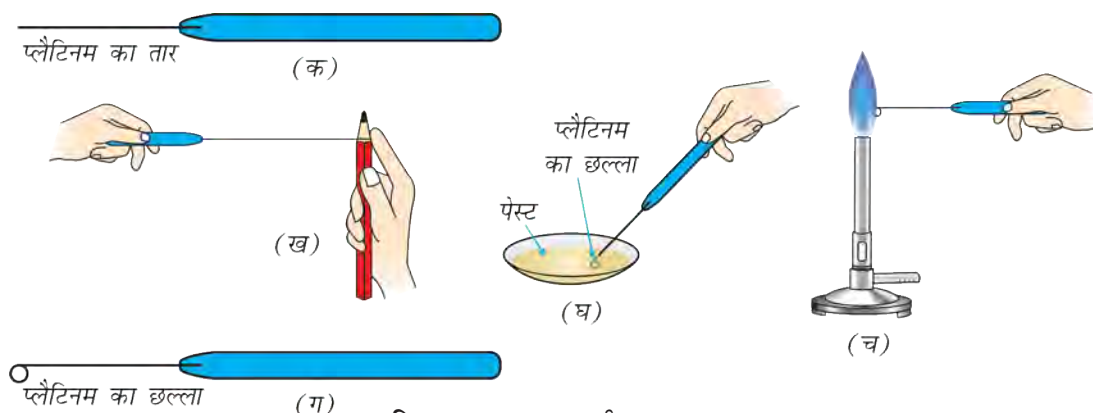
(i) प्लैटिनम के तार के सिरे पर एक छोटा सा छल्ला बनाएं।

(ii) छल्ले को साफ करने के लिए इसे सांद्र हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में डुबोएं और इसे अदीप्त ज्वाला में रखें (चित्र 7.3)।

(iii) पद-(ii) को तब तक दोहराएं जब तक तार ज्वाला को रंग प्रदान करना बंद न कर दे।

(iv) एक साफ़ वॉच ग्लास में हाइड्रोक्लोरिक अम्ल की 2-3 बूँदें लेकर उसमें लवण की थोड़ी सी मात्रा से लेप (पेस्ट) बनाएं।

(v) प्लैटिनम के तार के साफ़ किए गए छल्ले को पेस्ट में डुबा कर अदीप्त (ऑक्सीकारक) ज्वाला में ले जाएं (चित्र 7.3 ग)

(vi) पहले ज्वाला के रंग को यूँ ही देखें और फिर नीले काँच में से देखें और सारणी 7.8 की सहायता से धातु आयन की पहचान करें।

***चित्र 7.3*** *– ज्वाला परीक्षण करना*

**सारणी 7.8 – ज्वाला परीक्षण से अनुमान लगाना**

| केवल आँखों से देखने पर ज्वाला का रंग | नीले काँच में से देखने पर ज्वाला का रंग | अनुमान |
|---|---|---|
| नीले केंद्र वाली हरी ज्वाला | वही रंग दिखता है जो बिना काँच के दिखता है। | $Cu^{2+}$ |
| किरमिजी (crimson) | नीललोहित | $Sr^{2+}$ |
| सेब जैसा हरा | नीलापन लिए हरा | $Ba^{2+}$ |
| ईंट जैसा लाल | हरा | $Ca^{2+}$ |



**4. बोरेक्स मनका परीक्षण**

यह परीक्षण केवल रंगीन लवणों के लिए किया जाता है, क्योंकि बोरेक्स धातु लवणों के साथ अभिक्रिया करके धातु बोरेट या धातु बनाता है जिनके अभिलक्षणिक रंग होते हैं।

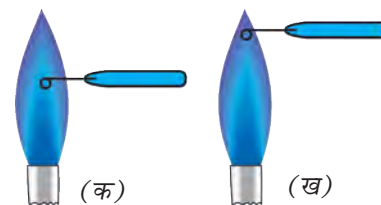
(i) यह परीक्षण करने के लिए प्लैटिनम के तार के एक सिरे पर छल्ला बनाएं और ज्वाला में तब तक गरम करें जब तक यह तप्त लाल न हो जाए।

(ii) गरम छल्ले को बोरेक्स पाउडर में डुबोएं और दोबारा तब तक गरम करें जब तक बोरेक्स छल्ले पर रंगहीन पारदर्शी मनका न बना ले। बोरेक्स के मनके को लवण में डुबोने से पहले सुनिश्चित कर लें कि मनका रंगहीन और पारदर्शी है। यदि यह रंगीन है तो इसका अर्थ यह है कि प्लैटिनम का तार साफ नहीं है। तब तार को साफ़ करने के बाद दोबारा मनका बनाएं।

(iii) मनके को शुष्क लवण की थोड़ी सी मात्रा में डुबाकर दोबारा ज्वाला में ले जाएं।

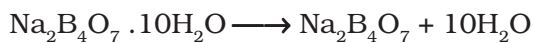
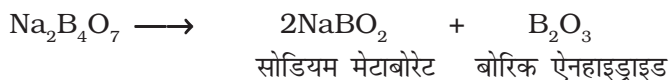
(iv) मनके के रंग को अदीप्त और दीप्त ज्वाला में तथा जब यह गरम हो और जब ठंडा हो, देखें (चित्र 7.4)।

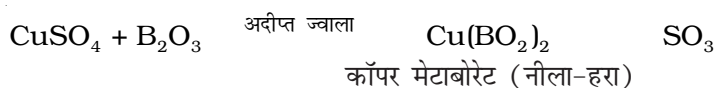
(v) प्लैटिनम तार से मनका निकालने के लिए इसे लाल होने तक गरम करें और प्लैटिनम तार को उंगली से थपकी दें (चित्र 7.5)।

(क) (ख)

***चित्र 7.4*** *– बोरेक्स मनका परीक्षण– (क) अपचायी ज्वाला में गरम करना। (ख) ऑक्सीकारक ज्वाला में गरम करना।*

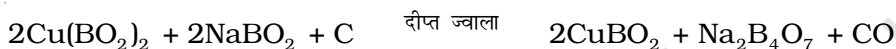
बोरेक्स को गरम करने से यह क्रिस्टलन जल को छोड़ देता है और सोडियम मेटाबोरेट और बोरिक ऐनहाइड्राइड में अपघटित हो जाता है।

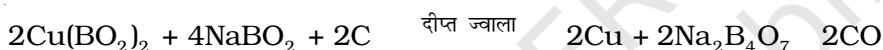
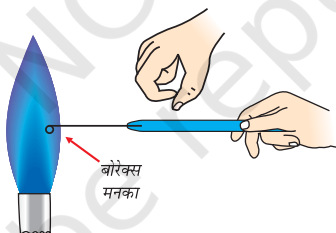
$$Na_2B_4O_7 . 10H_2O \longrightarrow Na_2B_4O_7 + 10H_2O$$
बोरेक्स

$$Na_2B_4O_7 \longrightarrow 2NaBO_2 + B_2O_3$$
सोडियम मेटाबोरेट बोरिक ऐनहाइड्राइड

धातु लवण के साथ ऐनहाइड्राइड धातु का मेटाबोरेट बनाता है जो ऑक्सीकारक और अपचायी ज्वाला में अलग-अलग रंग देता है। कॉपर सल्फेट के उदाहरण में निम्नलिखित अभिक्रियाएं होती हैं।

$$CuSO_4 + B_2O_3 \xrightarrow{\text{अदीप्त ज्वाला}} Cu(BO_2)_2 \quad SO_3$$
कॉपर मेटाबोरेट (नीला-हरा)

अपचायी ज्वाला में दो अभिक्रियाएं संभव हैं-

(i) नीला $Cu(BO_2)_2$ , रंगहीन क्यूप्रस मेटाबोरेट में निम्नलिखित प्रकार से अपचित हो जाता है।

$$2Cu(BO_2)_2 + 2NaBO_2 + C \xrightarrow{\text{दीप्त ज्वाला}} 2CuBO_2 + Na_2B_4O_7 + CO$$

अथवा (ii) क्यूप्रिक मेटाबोरेट धात्विक कॉपर में अपचित हो सकता है और मनका लाल और अपारदर्शी प्रतीत होता है।

$$2Cu(BO_2)_2 + 4NaBO_2 + 2C \xrightarrow{\text{दीप्त ज्वाला}} 2Cu + 2Na_2B_4O_7 \quad 2CO$$

धातु आयन की प्राथमिक पहचान सारणी 7.9 द्वारा की जा सकती है।

*चित्र 7.5 – बोरेक्स मनका हटाना*

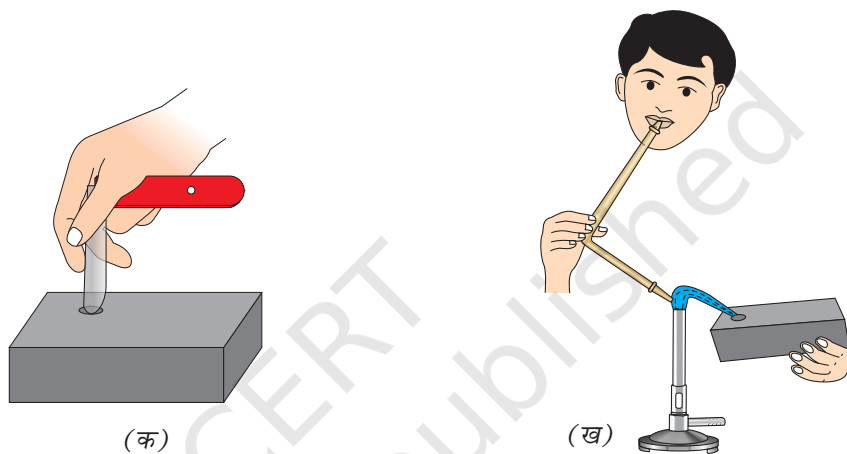
**सारणी 7.9 – बोरेक्स मनका परीक्षण से अनुमान**

| ऑक्सीकारक ज्वाला (अदीप्त ज्वाला) में गरम करना | | अपचायी ज्वाला (दीप्त ज्वाला) में गरम करना | | अनुमान |
|---|---|---|---|---|
| लवण मनके का रंग | | लवण मनके का रंग | | |
| ठंडे में | गरम होने पर | ठंडे में | गरम होने पर | |
| नीला | हरा | अपारदर्शी लाल | रंगहीन | $Cu^{2+}$ |
| भूरा-लाल | बैंगनी | सलेटी | सलेटी | $Ni^{2+}$ |
| हल्का बैंगनी | हल्का बैंगनी | रंगहीन | रंगहीन | $Mn^{2+}$ |
| पीला | पीला-भूरा | हरा | हरा | $Fe^{3+}$ |

### 5. चारकोल कोटरिका परीक्षण

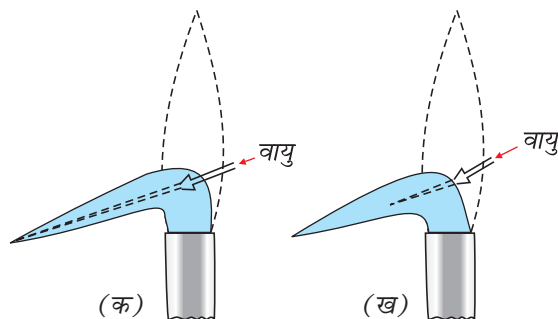
धात्विक कार्बोनेट चारकोल कोटरिका में गरम करने पर संगत ऑक्साइडों में विघटित हो जाते हैं। ऑक्साइड कोटरिका में एक रंगीन अवशेष जैसा प्रतीत होता है। कभी-कभी चारकोल कोटरिका के कार्बन द्वारा ऑक्साइड धातु में अपचित हो जाता है। परीक्षण को निम्नलिखित प्रकार से किया जा सकता है–

(i) चारकोल के ब्लॉक में चारकोल बेधक की सहायता से छोटी सी कोटरिका बनाएं। दबाव न डालें अन्यथा यह टूट जाएगी (चित्र 7.6 क)।

(ii) कोटरिका को लगभग 0.2 g लवण और 0.5 g निर्जल सोडियम कार्बोनेट के मिश्रण से भरें।

***चित्र 7.6*** *– (क) चारकोल कोटरिका बनाना (ख) लवण को कोटरिका में गरम करना*

(iii) कोटरिका के लवण को एक-दो बूँद जल से गीला करें अन्यथा लवण/मिश्रण उड़ जाएगा।

(iv) लवण को दीप्त (अपचायी) ज्वाला में गरम करने के लिए फूँकनी (ब्लोपाइप) का प्रयोग करें और कोटरिका में बने ऑक्साइड/धात्विक मनके के रंग का अवलोकन गरम रहने पर और ठंडा होने पर करें (चित्र 7.6 ख)। ऑक्सीकारक और अपचायी ज्वाला चित्र 7.7 'क' एवं 'ख' में दिखलाए के अनुसार प्राप्त करें।

**नोट** –
- *ऑक्सीकारक ज्वाला प्राप्त करने के लिए फूँकनी की नॉज़ल लगभग एक तिहाई ज्वाला के अन्दर रखें।*
- *अपचायी ज्वाला प्राप्त करने के लिए फूँकनी की नॉज़ल को बाहर रखें।*

***चित्र 7.7*** *– ऑक्सीकारक एवं अपचायी ज्वाला प्राप्त करना (क) अपचायी ज्वाला (ख) ऑक्सीकारक ज्वाला*

(v) नए लवण के परीक्षण के लिए सदैव नयी कोटरिका बनाएं। $CuSO_4$ से परीक्षण करने पर निम्नलिखित परिवर्तन होते हैं।

$$CuSO_4 + Na_2CO_3 \xrightarrow{\text{तापन}} CuCO_3 + Na_2SO_4$$

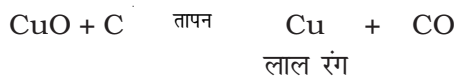
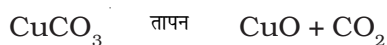
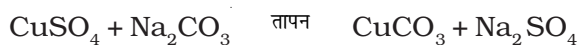
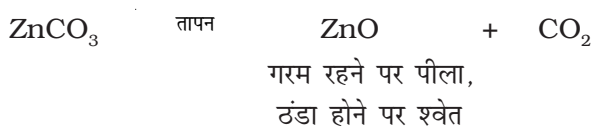
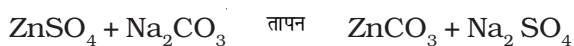
$$CuCO_3 \xrightarrow{\text{तापन}} CuO + CO_2$$

$$CuO + C \xrightarrow{\text{तापन}} \underset{\text{लाल रंग}}{Cu} + CO$$

$ZnSO_4$ के केस में-

$$ZnSO_4 + Na_2CO_3 \xrightarrow{\text{तापन}} ZnCO_3 + Na_2SO_4$$

$$ZnCO_3 \xrightarrow{\text{तापन}} ZnO + CO_2$$

गरम रहने पर पीला, ठंडा होने पर श्वेत

धात्विक आयन का अनुमान सारणी 7.10 से लगाया जा सकता है।

**सारणी 7.10 - चारकोल कोटरिका परीक्षण से अनुमान**

| प्रेक्षण | अनुमान |
|---|---|
| गरम होने पर पीला और ठंडा होने पर सलेटी अवशेष प्राप्त होता है। | $Pb^{2+}$ |
| लहसुन की गंध वाला श्वेत अवशेष | $As^{3+}$ |
| भूरा अवशेष | $Cd^{2+}$ |
| गर्म होने पर पीला और ठंडा होने पर श्वेत अवशेष | $Zn^{2+}$ |

## 6. कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण

यदि चारकोल कोटरिका का अवशेष श्वेत हो तो कोबाल्ट नाइट्रेट परीक्षण किया जाता है।

(i) अवशेष में दो या तीन बूँदें कोबाल्ट नाइट्रेट विलयन की मिलाएं।

(ii) इसे अदीप्त ज्वाला में एक फूँकनी की सहायता से गरम करें और अवशेष के रंग का अवलोकन करें। गरम करने पर कोबाल्ट नाइट्रेट, कोबाल्ट (II) ऑक्साइड में विघटित हो जाता है जो कोटरिका में उपस्थित धात्विक लवण के साथ अभिलक्षणिक रंग देता है।

इस प्रकार से ZnO, $Al_2O_3$ और MgO के साथ निम्नलिखित अभिक्रियाएं होती हैं।

$$2\,Co(NO_3)_2 \xrightarrow{\text{तापन}} 2CoO + 4NO_2 + O_2$$

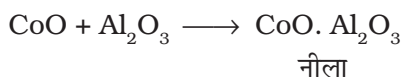
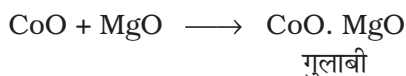
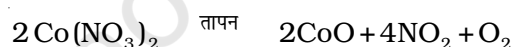
$$CoO + ZnO \longrightarrow \underset{\text{हरा}}{CoO.ZnO}$$

$$CoO + MgO \longrightarrow \underset{\text{गुलाबी}}{CoO.\ MgO}$$

$$CoO + Al_2O_3 \longrightarrow \underset{\text{नीला}}{CoO.\ Al_2O_3}$$





20/04/2018

### चरण II – धनायनों की पहचान के लिए आर्द्र परीक्षण (Wet tests)

उपरोक्त प्राथमिक परीक्षणों में सूचित क्षारकीय मूलक निम्नलिखित क्रमबद्ध विश्लेषण द्वारा सुनिश्चित किए जाते हैं। प्रथम आवश्यक चरण, लवण का पारदर्शी विलयन बनाना है। इसे **मूल विलयन** कहते हैं। यह निम्नलिखित प्रकार से बनाया जाता है–

#### मूल विलयन बनाना

मूल विलयन बनाने के लिए क्रमवार एक के बाद एक निम्नलिखित पद अपनाए जाते हैं। यदि लवण किसी विशेष विलायक में गरम करने पर भी नहीं घुलता तो अगला विलायक आजमाया जाता है। निम्नलिखित विलायकों को आजमाया जाता है–

1. साफ़ क्वथन नली में थोड़ा-सा लवण लेकर उसमें कुछ mL आसुत जल मिलाकर हिलाएं। यदि लवण न घुले तो क्वथन नली की सामग्री को तब तक गरम करें जब तक लवण पूर्णत: न घुल जाए।
2. यदि लवण उपरोक्त विवरण के अनुसार जल में न घुले तो साफ परखनली में फिर से लवण लेकर उसमें कुछ mL तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के मिलाएं। यदि लवण ठंडे में न घुले तो क्वथन नली को लवण के पूर्णत: घुलने तक गरम करें।
3. यदि लवण जल अथवा तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में गरम करने पर भी न घुले तो इसे कुछ mL सांद्र HCl में गरम करके घोलने का प्रयास करें।
4. यदि लवण सांद्र HCl में न घुले तो इसे तनु नाइट्रिक अम्ल में घोलें।
5. यदि लवण नाइट्रिक अम्ल में भी नहीं घुलता तो सांद्र HCl और सांद्र $HNO_3$ के 3:1 मिश्रण में घोलने का प्रयास करें। यह मिश्रण ऐक्वारेजिया कहलाता है। ऐक्वा रेजिया में न घुलने वाले लवण को अघुलनशील लवण माना जाता है।

### समूह विश्लेषण

#### (I) शून्य समूह के धन आयन ($NH_4^+$ आयन) का विश्लेषण

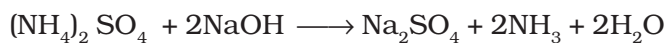
(क) परखनली में 0.1 g लवण लेकर इसमें 1-2 mL, NaOH विलयन मिलाएं और गरम करें। यदि अमोनिया की गंध आए तो यह अमोनियम आयनों की उपस्थिति की सूचना देती है। परखनली के मुँह के पास हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से भीगी एक काँच की छड़ लाएं। सफ़ेद धूम दिखाई पड़ते हैं।

(ख) गैस को नेस्लर अभिकर्मक में से प्रवाहित करें। भूरा अवक्षेप प्राप्त होता है।

#### $NH_4^+$ आयन के संपुष्टि परीक्षण का रसायन

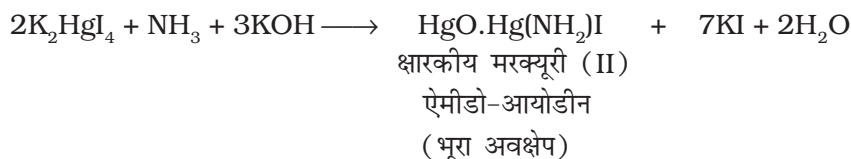
(क) सोडियम हाइड्रॉक्साइड की अमोनियम लवण पर क्रिया से निकली अमोनिया गैस हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अभिक्रिया करके अमोनियम क्लोराइड देती है जिसके श्वेत रंग के घने धूम दिखाई देते हैं।

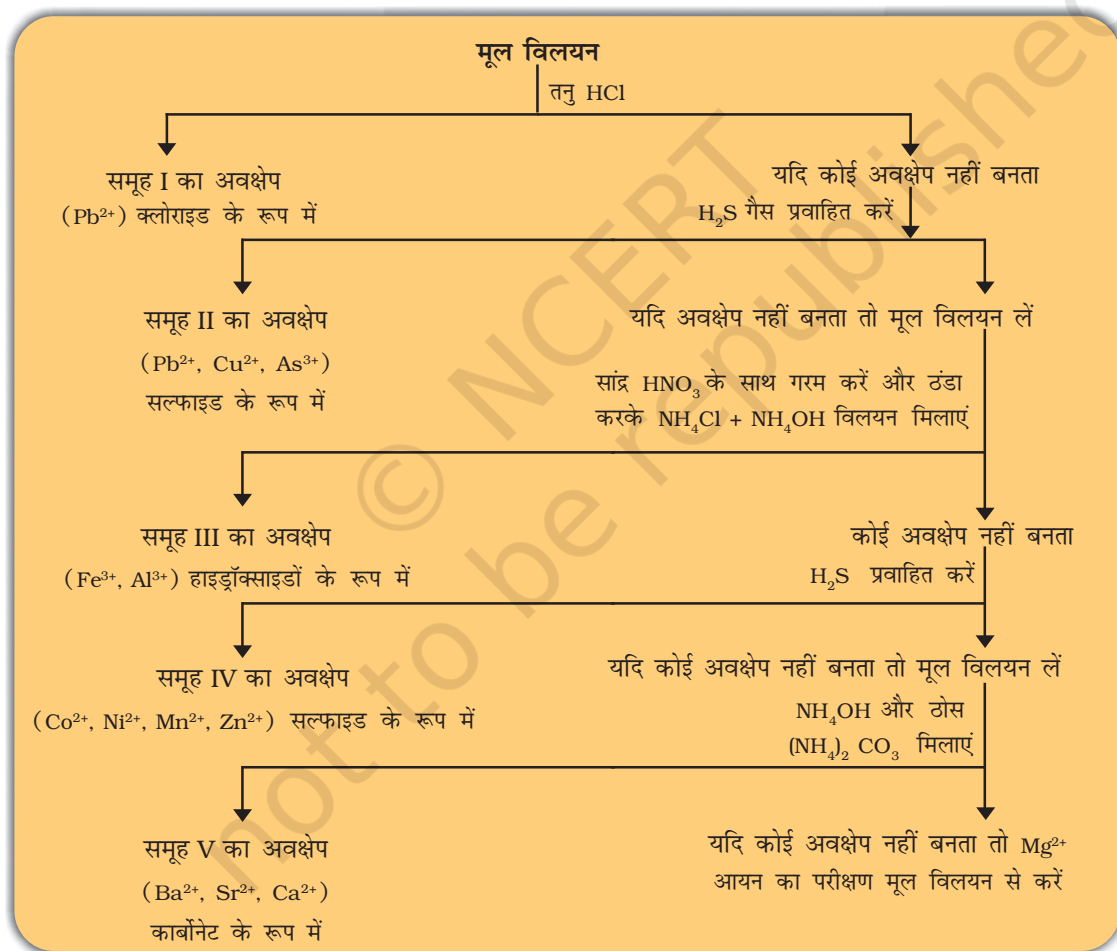
$$(NH_4)_2SO_4 + 2NaOH \longrightarrow Na_2SO_4 + 2NH_3 + 2H_2O$$

$$NH_3 + HCl \rightarrow NH_4Cl$$

नेस्लर अभिकर्मक में से गैस को प्रवाहित करने पर क्षारकीय मरक्यूरी (II) ऐमीडो-आयोडीन का भूरा रंग या अवक्षेप प्राप्त होता है।

मरक्यूरी लवण

$$2K_2HgI_4 + NH_3 + 3KOH \longrightarrow HgO.Hg(NH_2)I + 7KI + 2H_2O$$

क्षारकीय मरक्यूरी (II) ऐमीडो-आयोडीन (भूरा अवक्षेप)

I से VI तक समूहों के क्षारकीय मूलकों के विश्लेषण के लिए प्रवाह संचित्र में दर्शाई गई व्यवस्था के अनुसार अभिकर्मकों का प्रयोग करके धनायन मूल विलयन से अवक्षेपित कर लिए जाते हैं। (देखें सारणी 7.11)। छः समूहों के धनायनों को पृथक करना निम्नलिखित प्रकार से प्रदर्शित किया गया है।

## प्रवाह संचित्र*

* *यह प्रवाह संचित्र केवल एक धनायन ज्ञात करने के लिए है। एक से अधिक धनायन ज्ञात करने के लिए इसमें परिवर्तन की आवश्यकता होगी।*

**सारणी 7.11 – आयनों को अवक्षेपित करने के लिए समूह अभिकर्मक**

| समूह | धनायन* | समूह अभिकर्मक |
|---|---|---|
| शून्य समूह | $NH_4^+$ | कोई भी नहीं |
| समूह-I | $Pb^{2+}$ | तनु HCl |
| समूह-II | $Pb^{2+}$, $Cu^{2+}$, $As^{3+}$ | तनु HCl की उपस्थिति में $H_2S$ गैस |
| समूह-III | $Al^{3+}$, $Fe^{3+}$ | $NH_4Cl$ की उपस्थिति में $NH_4OH$ |
| समूह-IV | $Co^{2+}$, $Ni^{2+}$, $Mn^{2+}$, $Zn^{2+}$ | $NH_4OH$ की उपस्थिति $H_2S$ |
| समूह-V | $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ca^{2+}$ | $NH_4OH$ की उपस्थिति में $(NH_4)_2CO_3$ |
| समूह-VI | $Mg^{2+}$ | कोई भी नहीं |

### (II) समूह-I के धनायन का विश्लेषण

एक परखनली में मूल विलयन की थोड़ी सी मात्रा लें (यदि गरम सांद्र HCl में बनाया हो) और ठंडा जल मिलाने के बाद परखनली को नल के नीचे ठंडा करें। यदि श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है तो यह $Pb^{2+}$ आयनों की उपस्थिति दर्शाता है। दूसरी ओर यदि मूल विलयन जल में बनाया गया हो और तनु HCl मिलाने पर श्वेत अवक्षेप प्राप्त हो, तब भी यह $Pb^{2+}$ आयनों की उपस्थिति दर्शाता है। संपुष्टि परीक्षणों का विवरण सारणी 7.12 में दिया गया है।

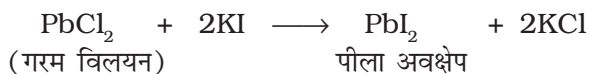
**सारणी 7.12 – ग्रुप-I के धनायन ($Pb^{2+}$) का संपुष्टि परीक्षण**

| प्रयोग | प्रेक्षण |
|---|---|
| अवक्षेप को गरम जल में घोल लें और गरम विलयन को तीन भागों में बाँट लें। | |
| (1) पहले भाग में पोटैशियम आयोडाइड विलयन मिलाएं। | पीला अवक्षेप प्राप्त होता है। |
| (2) दूसरे भाग में पोटैशियम क्रोमेट विलयन मिलाएं। | पीला अवक्षेप प्राप्त होता है जो NaOH में घुलनशील और अमोनियम ऐसीटेट में अविलेय है। |
| (3) गरम विलयन के तीसरे भाग में कुछ बूंदें ऐल्कोहॉल की डालें और तनु सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं। | श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो अमोनियम ऐसीटेट विलयन में घुलनशील होता है। |

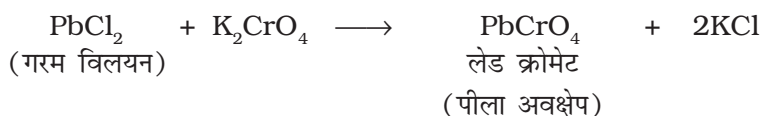
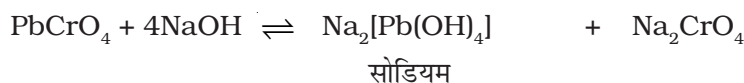
### $Pb^{2+}$ आयन के संपुष्टि परीक्षण का रसायन

लेड प्रथम समूह में लेड क्लोराइड के रूप में अवक्षेपित होता है। अवक्षेप गरम जल में घुलनशील होता है।

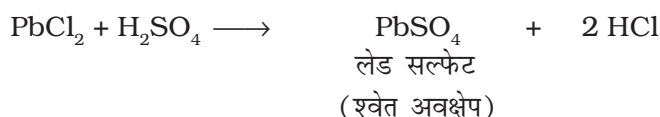
1. पोटैशियम आयोडाइड (KI) मिलाने पर, लेड आयोडाइड का पीला अवक्षेप प्राप्त होता है जो $Pb^{2+}$ आयनों की उपस्थिति की संपुष्टि करता है। यह पीला अवक्षेप ($PbI_2$) उबलते हुए जल में घुल जाता है और ठंडा करने पर चमकदार क्रिस्टलों के रूप में पुनः प्रकट हो जाता है।

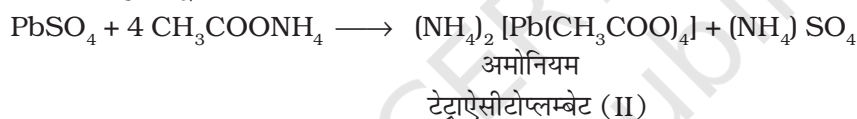
$$\underset{\text{(गरम विलयन)}}{PbCl_2} + 2KI \longrightarrow \underset{\text{पीला अवक्षेप}}{PbI_2} + 2KCl$$

* यहाँ केवल वे ही धनायन दिए हैं, जो पाठ्यक्रम में हैं।

2. पोटेशियम क्रोमेट ($K_2CrO_4$) विलयन मिलाने पर लेड क्रोमेट का पीला अवक्षेप प्राप्त होता है। यह $Pb^{2+}$ आयनों की उपस्थिति की संपुष्टि करता है।

$$\underset{\text{(गरम विलयन)}}{PbCl_2} + K_2CrO_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{लेड क्रोमेट} \\ \text{(पीला अवक्षेप)}}}{PbCrO_4} + 2KCl$$

पीला अवक्षेप ($PbCrO_4$) गरम NaOH विलयन में घुलनशील होता है।

$$PbCrO_4 + 4NaOH \rightleftharpoons \underset{\substack{\text{सोडियम} \\ \text{टेट्राहाइड्रॉक्सीप्लम्बेट(II)}}}{Na_2[Pb(OH)_4]} + Na_2CrO_4$$

3. ऐल्कोहॉल के बाद तनु $H_2SO_4$ मिलाने पर लेड सल्फेट ($PbSO_4$) का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

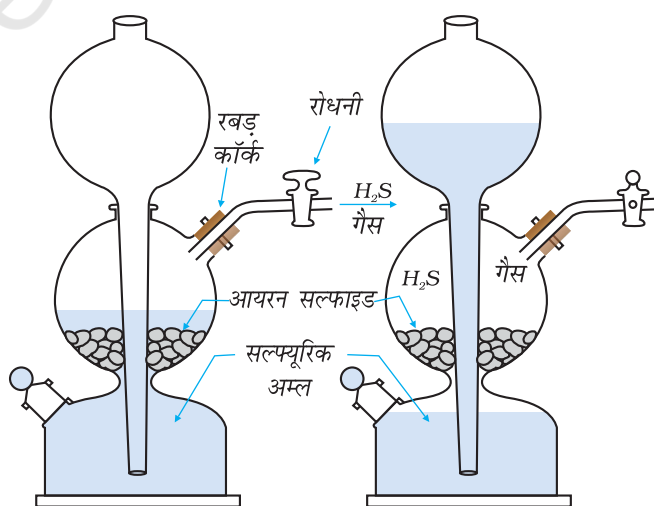
$$PbCl_2 + H_2SO_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{लेड सल्फेट} \\ \text{(श्वेत अवक्षेप)}}}{PbSO_4} + 2\ HCl$$

टेट्राऐसीटोप्लम्बेट(II) आयन बनने के कारण लेड सल्फेट, अमोनियम ऐसीटेट विलयन में घुलनशील होता है। ऐसीटिक अम्ल की कुछ बूँदें मिला देने से अभिक्रिया प्रवर्तित होती है।

$$PbSO_4 + 4\ CH_3COONH_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{अमोनियम} \\ \text{टेट्राऐसीटोप्लम्बेट (II)}}}{(NH_4)_2\ [Pb(CH_3COO)_4]} + (NH_4)\ SO_4$$

## (III) समूह–II के धनायनों का विश्लेषण

हाइड्रोजन सल्फाइड

यदि ग्रुप–I अनुपस्थित हो तो उसी परखनली में जल आधिक्य में मिलाएं। विलयन को गरम करने के बाद 1–2 मिनट तक उसमें से $H_2S$ गैस प्रवाहित करें (चित्र 7.6)। यदि कोई अवक्षेप प्राप्त हो तो यह समूह–II के धनायनों की उपस्थिति को इंगित करता है। संपूर्ण अवक्षेपण सुनिश्चित करने के लिए विलयन में से और अधिक $H_2S$ गैस प्रवाहित करें। यदि अवक्षेप का रंग काला हो तो यह $Cu^{2+}$ अथवा $Pb^{2+}$ आयनों की उपस्थिति इंगित करता है। यदि यह पीले रंग का हो तो $As^{3+}$ आयनों की उपस्थिति इंगित होती है।

ग्रुप–II के अवक्षेप को एक परखनली में लेकर इसमें पीत अमोनियम सल्फाइड (yellow ammonium sulphide) का विलयन आधिक्य में मिलाएं। परखनली को हिलाएं, यदि अवक्षेप अघुलनशील हो तो **समूह-II-A (कॉपर समूह)** उपस्थित है। यदि अवक्षेप घुलनशील हो तो यह **ग्रुप–II-B (आर्सेनिक समूह)** की उपस्थिति इंगित करता है।

समूह–II A और II B के संपुष्टि परीक्षण सारणी 7.13 में दिए गए हैं।

*चित्र 7.8 – $H_2S$ गैस बनाने के लिए किप उपकरण*

**सारणी 7.13 – समूह-II A और II B के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण**

<table>
<tr><td colspan="2">समूह-II A के धनायनों (pb$^{2+}$, Cu$^{2+}$) का पीत अमोनियम सल्फाइड में अघुलनशील काला अवक्षेप प्राप्त होता है।</td><td>यदि पीत अमोनियम सल्फाइड में घुलनशील पीला अवक्षेप प्राप्त होता है तो As$^{3+}$ आयन उपस्थित है।</td></tr>
<tr><td colspan="2">समूह-II A के अवक्षेप को तनु नाइट्रिक अम्ल में घोलने के बाद कुछ बूँदें ऐल्कोहॉल की और तनु $H_2SO_4$ को मिलाएं।</td><td rowspan="2">विलयन को तनु HCl से अम्लीकृत करें। एक पीला अवक्षेप बनता है। अवक्षेप को सांद्र नाइट्रिक अम्ल के साथ गरम करें और अमोनियम मॉलिब्डेट विलयन मिलाएं। कैनरीपीत अवक्षेप प्राप्त होता है।</td></tr>
<tr><td>श्वेत अवक्षेप Pb$^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है। अवक्षेप को अमोनियम ऐसीटेट विलयन में घोल लें। ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और विलयन को दो भागों में बाँट लें।<br>(i) पहले भाग में पोटेशियम क्रोमेट विलयन मिलाएं, इससे पीला अवक्षेप बनता है।<br>(ii) दूसरे भाग में पोटेशियम आयोडाइड विलयन मिलाएं, इससे पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।</td><td>यदि कोई अवक्षेप प्राप्त नहीं होता तो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन को आधिक्य में मिलाएं। नीले रंग का विलयन प्राप्त होता है। इसे ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और पोटेशियम फैरोसायनाइड विलयन मिलाएं। चाकलेटी भूरा अवक्षेप प्राप्त होता है।</td></tr>
</table>



## समूह-II A (कॉपर समूह)

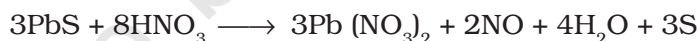
## समूह-II A के धनायनों के संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

### 1. लेड (Pb$^{2+}$) आयन का परीक्षण

अवक्षेपित लेड सल्फाइड तनु $HNO_3$ में घुल जाता है। इस विलयन में तनु $H_2SO_4$ और ऐल्कोहॉल की कुछ बूँदें मिलाने पर लेड सल्फेट का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है। यह लेड आयनों की उपस्थिति इंगित करता है।

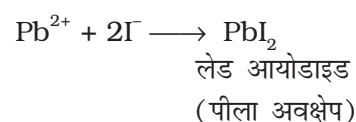
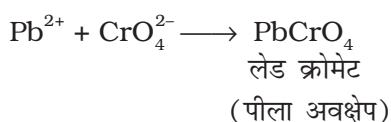
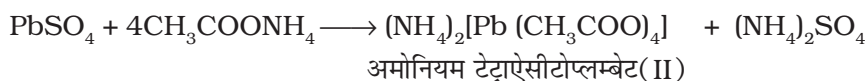
ऐल्कोहॉल

$$3PbS + 8HNO_3 \longrightarrow 3Pb(NO_3)_2 + 2NO + 4H_2O + 3S$$

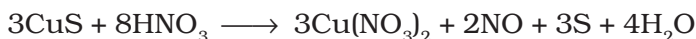
$$Pb(NO_3)_2 + H_2SO_4 \longrightarrow PbSO_4 + 2HNO_3$$

श्वेत अवक्षेप अमोनियम ऐसीटेट विलयन के साथ उबालने से घुल जाता है। जब इस विलयन को ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत किया जाता है और पोटेशियम क्रोमेट विलयन मिलाया जाता है तो $PbCrO_4$ का पीला अवक्षेप बनता है। पोटेशियम आयोडाइड विलयन मिलाने पर लेड आयोडाइड का पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$PbSO_4 + 4CH_3COONH_4 \longrightarrow \underset{\text{अमोनियम टेट्राऐसीटोप्लम्बेट(II)}}{(NH_4)_2[Pb(CH_3COO)_4]} + (NH_4)_2SO_4$$

$$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \longrightarrow \underset{\substack{\text{लेड क्रोमेट} \\ \text{(पीला अवक्षेप)}}}{PbCrO_4}$$

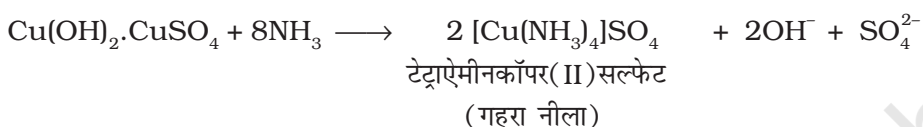
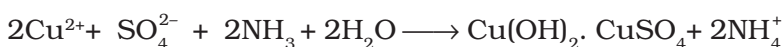
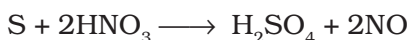
$$Pb^{2+} + 2I^- \longrightarrow \underset{\substack{\text{लेड आयोडाइड} \\ \text{(पीला अवक्षेप)}}}{PbI_2}$$

### 2. कॉपर ($Cu^{2+}$) आयन का परीक्षण

(क) कॉपर नाइट्रेट बनने के कारण कॉपर सल्फाइड नाइट्रिक अम्ल में घुल जाता है।

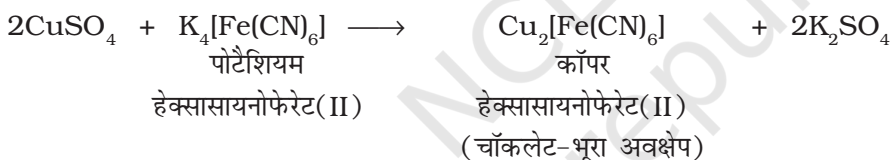
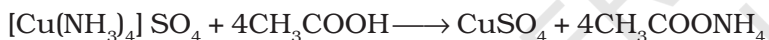
$$3CuS + 8HNO_3 \longrightarrow 3Cu(NO_3)_2 + 2NO + 3S + 4H_2O$$

अधिक समय तक गरम करने से सल्फ़र, सल्फ़ेट में आक्सीकृत हो जाता है और कॉपर सल्फ़ेट बनता है तथा विलयन नीला हो जाता है। $NH_4OH$ की थोड़ी सी मात्रा क्षारकीय कॉपर सल्फ़ेट अवक्षेपित कर देती है जो टेट्राऐमीनकॉपर(II) संकुल बनने के कारण अमोनियम हाइड्रॉक्साइड में घुल जाता है।

$$S + 2HNO_3 \longrightarrow H_2SO_4 + 2NO$$

$$2Cu^{2+} + SO_4^{2-} + 2NH_3 + 2H_2O \longrightarrow Cu(OH)_2.CuSO_4 + 2NH_4^+$$

$$Cu(OH)_2.CuSO_4 + 8NH_3 \longrightarrow \underset{\text{टेट्राऐमीनकॉपर(II)सल्फेट (गहरा नीला)}}{2[Cu(NH_3)_4]SO_4} + 2OH^- + SO_4^{2-}$$

(ख) नीला विलयन ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करने के बाद पोटैशियम फेरोसायनाइड, $[K_4Fe(CN)_6]$ विलयन मिलाने पर कॉपर फेरोसायनाइड बनने के कारण चॉकलेटी रंग देता है।

$$[Cu(NH_3)_4]SO_4 + 4CH_3COOH \longrightarrow CuSO_4 + 4CH_3COONH_4$$

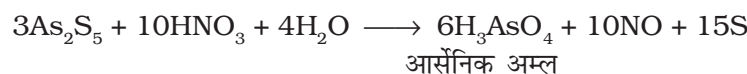
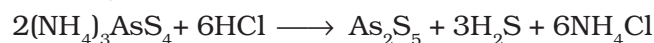
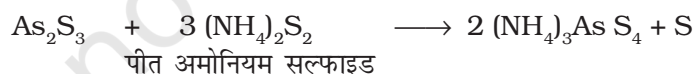
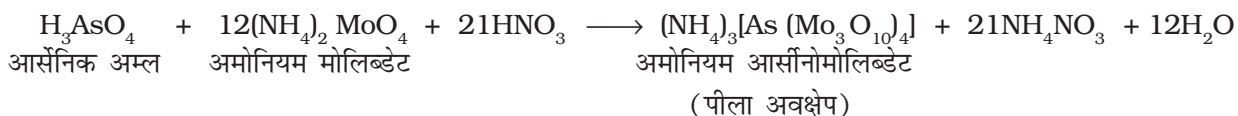
$$2CuSO_4 + \underset{\text{पोटैशियम हेक्सासायनोफेरेट(II)}}{K_4[Fe(CN)_6]} \longrightarrow \underset{\text{कॉपर हेक्सासायनोफेरेट(II) (चॉकलेट-भूरा अवक्षेप)}}{Cu_2[Fe(CN)_6]} + 2K_2SO_4$$

## समूह-II B (आर्सेनिक समूह)

यदि ग्रुप-II का अवक्षेप पीत अमोनियम सल्फ़ाइड में घुल जाए और विलयन का रंग पीला हो तो यह $As^{3+}$ आयनों की उपस्थिति प्रदर्शित करता है। $As_2S_3$ के घुलने से बना अमोनियम थायोआर्सेनाइड तनु HCl से विघटित हो जाता है और आर्सेनिक (V) सल्फ़ाइड का पीला अवक्षेप बनता है, जो सांद्र नाइट्रिक अम्ल में गरम करने पर आर्सेनिक अम्ल बनने के कारण घुल जाता है। अभिक्रिया मिश्रण में अमोनियम मोलिब्डेट विलयन मिलाकर गरम करने से कैनेरी-पीत अवक्षेप बनता है। यह $As^{3+}$ आयनों की उपस्थिति की संपुष्टि करता है।

$$As_2S_3 + \underset{\text{पीत अमोनियम सल्फाइड}}{3(NH_4)_2S_2} \longrightarrow 2(NH_4)_3AsS_4 + S$$

$$2(NH_4)_3AsS_4 + 6HCl \longrightarrow As_2S_5 + 3H_2S + 6NH_4Cl$$

$$3As_2S_5 + 10HNO_3 + 4H_2O \longrightarrow \underset{\text{आर्सेनिक अम्ल}}{6H_3AsO_4} + 10NO + 15S$$

$$\underset{\text{आर्सेनिक अम्ल}}{H_3AsO_4} + \underset{\text{अमोनियम मोलिब्डेट}}{12(NH_4)_2MoO_4} + 21HNO_3 \longrightarrow \underset{\substack{\text{अमोनियम आर्सीनोमोलिब्डेट} \\ \text{(पीला अवक्षेप)}}}{(NH_4)_3[As(Mo_3O_{10})_4]} + 21NH_4NO_3 + 12H_2O$$

### (IV) समूह–III के धनायनों का विश्लेषण

यदि समूह–II अनुपस्थित हो तो $Fe^{2+}$ आयनों को $Fe^{3+}$ आयनों में परिवर्तित करने के लिए मूल विलयन लेकर सांद्र $HNO_3$ की 2–3 बूँदें मिलाएं। विलयन को कुछ मिनट तक गरम करें। ठंडा करने के बाद थोड़ा सा ठोस अमोनियम क्लोराइड ($NH_4Cl$) और अमोनियम हाइड्रॉक्साइड ($NH_4OH$) विलयन अमोनिया की गंध आने तक आधिक्य में मिलाएं। परखनली को हिलाएं। यदि भूरा अथवा श्वेत अवक्षेप बने तो यह समूह–III के धनायनों की उपस्थिति इंगित करता है। समूह–III के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण सारणी 7.14 में संक्षेप में दिए हैं।

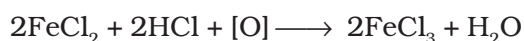
अवक्षेप के रंग एवं प्रकृति का अवलोकन करें। श्वेत रंग का जिलेटनी अवक्षेप ऐलुमिनियम आयनों ($Al^{3+}$) की उपस्थिति दर्शाता है। यदि अवक्षेप भूरे रंग का हो तो यह फेरिक आयनों ($Fe^{3+}$) की उपस्थिति दर्शाता है।

**सारणी 7.14 – समूह-III धनायनों के संपुष्टि परीक्षण**

| **भूरा अवक्षेप ($Fe^{3+}$)** | **श्वेत अवक्षेप ($Al^{3+}$)** |
|---|---|
| अवक्षेप को तनु HCl में घोल लें और विलयन को दो भागों में बाँट लें।<br>(क) पहले भाग में पोटैशियम फेरोसायनाइड विलयन मिलाएं, नीला अवक्षेप/रंग प्रकट होता है।<br>(ख) दूसरे भाग में पोटैशियम थायोसायनेट विलयन मिलाएं, रक्त-लाल रंग प्रकट होता है। | श्वेत अवक्षेप को तनु HCl में घोल कर दो भागों में बाँट लें।<br>(क) पहले भाग में सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाकर गरम करें। श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप प्राप्त होता है जो सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के आधिक्य में घुल जाता है।<br>(ख) दूसरे भाग में पहले नीले लिटमस का विलयन मिलाएं और फिर परखनली की दीवार के सहारे बूँद-बूँद करके अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाएं। रंगहीन विलयन में तैरता हुआ नीला पदार्थ प्राप्त होता है। |

### समूह-III के धनायनों के संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

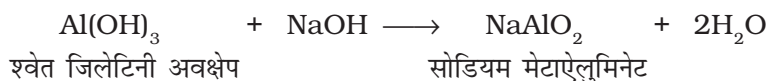
जब मूल विलयन को सांद्र नाइट्रिक अम्ल के साथ गरम किया जाता है तो फेरस आयन फेरिक आयनों में ऑक्सीकृत हो जाते हैं।

$$2FeCl_2 + 2HCl + [O] \longrightarrow 2FeCl_3 + H_2O$$

तृतीय समूह के धनायन अपने हाइड्रॉक्साइड के रूप में अवक्षेपित होते हैं। समकक्ष क्लोराइड बनने के कारण अवक्षेप तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घुल जाता है।

### 1. ऐलुमिनियम ($Al^{3+}$) आयनों का परीक्षण

(क) जब ऐलुमिनियम क्लोराइड युक्त विलयन की क्रिया सोडियम हाइड्रॉक्साइड से होती है तो ऐलुमिनियम हाइड्रॉक्साइड का श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप बनता है, जो सोडियम मेटाऐलुमिनेट बनने के कारण सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के आधिक्य में घुल जाता है।

$$AlCl_3 + 3NaOH \longrightarrow Al(OH)_3 + 3NaCl$$

$$\underset{\text{श्वेत जिलेटिनी अवक्षेप}}{Al(OH)_3} + NaOH \longrightarrow \underset{\text{सोडियम मेटाऐलुमिनेट}}{NaAlO_2} + 2H_2O$$

(ख) दूसरे परीक्षण में जब विलयन में नीला लिटमस मिलाया जाता है तो विलयन की अम्लीय प्रकृति के कारण लाल रंग प्राप्त होता है। बूँद-बूँद कर $NH_4OH$ विलयन मिलाने से यह विलयन क्षारकीय हो जाता है और ऐलुमिनियम हाइड्रॉक्साइड अवक्षेपित हो जाता है। ऐलुमिनियम हाइड्रॉक्साइड का अवक्षेप विलियन में से नीला रंग अधिशोषित कर लेता है और 'लेक' नामक अघुलनशील अधिशोषण संकुल बनाता है। इसलिए रंगहीन विलयन में तैरता हुआ नीला पदार्थ प्राप्त होता है। इसीलिए परीक्षण को **'लेक परीक्षण'** कहते हैं।

### 2. फेरिक ($Fe^{3+}$) आयनों का परीक्षण

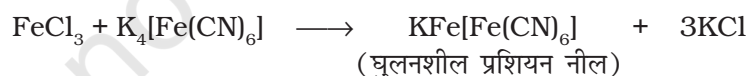
फेरिक हाइड्रॉक्साइड का लाल-भूरा अवक्षेप हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घुल जाता है और फेरिक क्लोराइड बनता है।

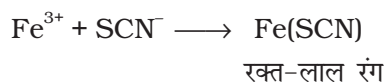
$$Fe(OH)_3 + 3HCl \longrightarrow FeCl_3 + 3H_2O$$

(क) जब फेरिक क्लोराइड युक्त विलयन की क्रिया पोटैशियम फेरोसायनाइड विलयन से होती है तो नीला अवक्षेप/रंग प्राप्त होता है। अवक्षेप का रंग प्रशियन नीला होता है। यह फेरिक फेरोसायनाइड होता है। अभिक्रिया निम्नलिखित प्रकार से होती है।

$$4FeCl_3 + \underset{\text{पोटैशियम फेरोसायनाइड}}{3K_4[Fe(CN)_6]} \longrightarrow \underset{\text{प्रशियन नील का अवक्षेप}}{Fe_4[Fe(CN)_6]_3} + 12KCl$$

यदि पोटैशियम हेक्सासायनोफेरेट(II) (यानी पोटैशियम फेरोसायनाइड) आधिक्य में मिलाया जाए तो $KFe[Fe(CN)_6]$ संघटन का उत्पाद बनता है। यह कोलॉइडी विलयन (घुलनशील प्रशियन नील) बनाने की प्रवृति के कारण निस्यंदित नहीं किया जा सकता।

$$FeCl_3 + K_4[Fe(CN)_6] \longrightarrow \underset{\text{(घुलनशील प्रशियन नील)}}{KFe[Fe(CN)_6]} + 3KCl$$

(ख) विलयन के दूसरे भाग में पोटैशियम थायोसायनेट (पोटैशियम सल्फोसायनाइड) विलयन मिलाएं। रक्त-लाल रंग का प्रकट होना $Fe^{3+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है।

$$Fe^{3+} + SCN^- \longrightarrow \underset{\text{रक्त-लाल रंग}}{Fe(SCN)}$$

### (V) समूह–IV के धनायनों का विश्लेषण

यदि समूह-III अनुपस्थित हो तो समूह-III के विलयन में से कुछ मिनट तक $H_2S$ गैस प्रवाहित करें। यदि (श्वेत, काला अथवा मांसवर्णी) अवक्षेप प्राप्त हो तो यह समूह-IV के धनायनों की उपस्थिति इंगित करता है। सारणी 7.15 में समूह-IV के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण संक्षेप में दिए हैं।

**सारणी 7.15 – समूह-IV के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण**

| श्वेत अवक्षेप ($Zn^{2+}$) | मांसवर्णी अवक्षेप ($Mn^{2+}$) | काला अवक्षेप ($Ni^{2+}$, $Co^{2+}$) |
|---|---|---|
| अवक्षेप को तनु HCl में उबाल कर घोल लें। विलयन को दो भागों में बाँट लें।<br>(क) पहले भाग में सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाएं। सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन के आधिक्य में घुलनशील अवक्षेप $Zn^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है।<br>(ख) दूसरे भाग को अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन से उदासीन करें और पोटैशियम फेरोसायनाइड विलयन मिलाएं। नीलापन लिए श्वेत अवक्षेप प्रकट होता है। | अवक्षेप को तनु HCl में उबाल कर घोलने के बाद सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन आधिक्य में मिलाएं। श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो रखने पर भूरा हो जाता है। | अवक्षेप को ऐक्वारेजिया में घोल लें। विलयन को शुष्क होने तक गरम करें और ठंडा होने दें। अवशेष को जल में घोल लें और विलयन को दो भागों में विभाजित कर लें।<br>(क) विलयन के पहले भाग में अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन तब तक मिलाएं जब तक यह क्षारक न हो जाए। डाइमेथिल ग्लाइऑक्सिम की कुछ बूँद मिलाएं और परखनली को हिलाएं। चमकदार लाल अवक्षेप $Ni^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है।<br>(ख) दूसरे भाग को अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन से उदासीन करें। इसे तनु ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत करें और ठोस पोटैशियम नाइट्राइट मिलाएं पीला अवक्षेप $Co^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है। |

### समूह–IV के धनायनों के संपुष्टि परीक्षणों का रसायन

चतुर्थ समूह के धनायन सल्फाइडों के रूप में अवक्षेपित होते हैं। अवक्षेप के रंग का अवलोकन करें। अवक्षेप का श्वेत रंग ज़िंक आयनों की उपस्थिति इंगित करता है, मांसवर्णी अवक्षेप मैंगनीज आयनों की उपस्थिति इंगित करता है और काला रंग $Ni^{2+}$ अथवा $Co^{2+}$ आयनों की उपस्थिति इंगित करता है।

#### 1. ज़िंक ($Zn^{2+}$) आयन का परीक्षण

ज़िंक सल्फाइड हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घुलकर ज़िंक क्लोराइड बनाता है।

$$ZnS + 2HCl \longrightarrow ZnCl_2 + H_2S$$

(क) सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन मिलाने पर यह ज़िंक हाइड्रॉक्साइड का श्वेत अवक्षेप देता है, जो NaOH विलयन के आधिक्य में गरम करने से सोडियम ज़िंकेट बनने के कारण घुलनशील होता है। यह $Zn^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करता है।

$$ZnCl_2 + 2NaOH \longrightarrow Zn(OH)_2 + 2NaCl$$

$$Zn(OH)_2 + 2NaOH \longrightarrow \underset{\text{सोडियम ज़िंकेट}}{Na_2ZnO_2} + 2H_2O$$

(ख) $NH_4OH$ विलयन से उदासीन करने के बाद जब $K_4Fe(CN)_6$ विलयन मिलाया जाता है तो ज़िंक फेरोसायनाइड का श्वेत अथवा नीलापन लिए श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।

$$2\,ZnCl_2 + K_4[Fe(CN)_6] \longrightarrow \underset{\text{ज़िंक फेरोसायनाइड}}{Zn_2[Fe(CN)_6]} + 4\,KCl$$

### 2. मैंगनीज ($Mn^{2+}$) आयन का परीक्षण

मैंगनीज सल्फाइड का अवक्षेप तनु HCl में उबालने पर घुल जाता है। NaOH विलयन आधिक्य में मिलाने पर मैंगनीज हाइड्रॉक्साइड का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो वायुमंडलीय ऑक्सीकरण द्वारा जलयोजित मैंगनीज डाइऑक्साइड बनने के कारण भूरा हो जाता है।

$$MnS + 2HCl \longrightarrow MnCl_2 + H_2S$$

$$MnCl_2 + 2NaOH \longrightarrow \underset{\text{(श्वेत अवक्षेप)}}{Mn(OH)_2} + 2NaCl$$

$$Mn(OH)_2 + [O] \rightarrow \underset{\substack{\text{जलयोजित मैंगनीज डाइऑक्साइड}\\\text{(भूरा रंग)}}}{MnO(OH)_2}$$

### 3. निकैल ($Ni^{2+}$) आयन का परीक्षण

निकैल सल्फ़ाइड का काला अवक्षेप ऐक्वारेजिया में घुल जाता है और निम्नलिखित अभिक्रिया होती है।

$$3NiS + 2HNO_3 + 6HCl \longrightarrow 3NiCl_2 + 2NO + 3S + 4H_2O$$

ऐक्वारेजिया से क्रिया के पश्चात निकैल क्लोराइड प्राप्त होता है जो जल में घुलनशील होता है। जब निकैल क्लोराइड के जलीय विलयन को क्षारकीय बना कर डाइमेथिल ग्लाइऑक्सिम मिलाया जाता है तो चमकदार लाल अवक्षेप प्राप्त होता है।

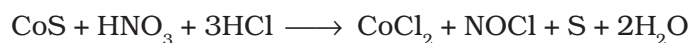
$$NiCl_2 + 2NH_4OH + \begin{array}{l} H_3C - C = N - OH \\ \qquad\;\; | \\ H_3C - C = N - OH \end{array} \longrightarrow [Ni(C_4H_7N_2O_2)_2] + 2NH_4Cl + 2H_2O$$

*लाल रंग का संकुल*
*(संकुल का स्थाई रूप)*

### 4. कोबाल्ट ($Co^{2+}$) आयन का परीक्षण

निकैल सल्फ़ाइड के समान कोबाल्ट क्लोराइड भी ऐक्वारेजिया में घुल जाता है। जब ऐक्वारेजिया की क्रिया के पश्चात् अवशेष के जलीय विलयन को अमोनियम हाइड्रॉक्साइड द्वारा उदासीन करके पोटैशियम नाइट्राइट का विलयन मिलाने के बाद ऐसीटिक अम्ल से अम्लीकृत किया जाता है तो पोटैशियम हेक्सानाइट्राइटोकोबाल्टेट (III) नामक कोबाल्ट का संकुल बनता है।

$$CoS + HNO_3 + 3HCl \longrightarrow CoCl_2 + NOCl + S + 2H_2O$$

$$CoCl_2 + 7KNO_2 + 2CH_3COOH \longrightarrow K_3[Co(NO_2)_6] + 2KCl + 2CH_3COOK + NO + H_2O$$

पोटैशियम
हेक्सानाइट्राइटोकोबाल्टेट(III)
(पीला अवक्षेप)

## (VI) समूह–V के धनायनों का विश्लेषण

यदि समूह–IV अनुपस्थित हो तो मूल विलयन लें और थोड़ा सा ठोस $NH_4Cl$ मिलाएं और $NH_4OH$ विलयन को आधिक्य में मिलाने के पश्चात ठोस $(NH_4)_2CO_3$ मिलाएं। यदि श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है तो यह समूह–V के धनायनों की उपस्थिति इंगित करता है।

श्वेत अवक्षेप को तनु ऐसीटिक अम्ल के साथ उबाल कर घोल लें और विलयन को $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$ और $Ca^{2+}$ आयनों के परीक्षण के लिए तीन भागों में बाँट लें। **थोड़ा सा अवक्षेप ज्वाला परीक्षण के लिए सुरक्षित रखें।** संपुष्टि परीक्षणों को संक्षेप में सारणी 7.16 में दिया गया है।

**सारणी 7.16 – समूह–V के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण**

| अवक्षेप को तनु ऐसीटिक अम्ल के साथ उबाल कर घोल लें और विलयन को $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$ और $Ca^{2+}$ आयनों के परीक्षण के लिए तीन भागों में बाँट लें। | | |
|---|---|---|
| **$Ba^{2+}$ आयन** | **$Sr^{2+}$ आयन** | **$Ca^{2+}$ आयन** |
| (क) पहले भाग में पोटैशियम क्रोमेट विलयन मिलाएं। पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।<br>(ख) सुरक्षित रखे गए अवक्षेप से ज्वाला परीक्षण करें। घास के हरे रंग जैसी ज्वाला प्राप्त होती है। | (क) यदि बेरियम अनुपस्थित हो तो विलयन का दूसरा भाग लें और अमोनियम सल्फेट विलयन मिलाएं। गरम करें और परखनली की दीवारों को काँच की छड़ से खरोचें और ठंडा करें। सफ़ेद अवक्षेप प्राप्त होता है।<br>(ख) सुरक्षित रखे गए अवक्षेप से ज्वाला परीक्षण करें किरमिजी लाल ज्वाला $Sr^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करती है। | (क) यदि बेरियम और स्ट्रॉन्शियम दोनों अनुपस्थित हों तो विलयन का तीसरा भाग लें। इसमें अमोनियम ऑक्सैलेट विलयन मिलाएं और अच्छी तरह हिलाएं। कैल्सियम ऑक्सैलेट का श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है।<br>(ख) सुरक्षित रखे गए अवक्षेप से ज्वाला परीक्षण करें। ईंट जैसे लाल रंग की ज्वाला जो नीले काँच में से हरित-पीली दिखाई पड़ती है, $Ca^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करती है। |

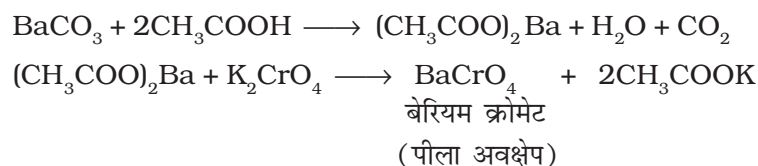
## समूह-V के धनायनों के संपुष्टि परीक्षण

समूह-V के धनायन कार्बोनेट के रूप में अवक्षेपित किए जाते हैं, जो संगत ऐसीटेट बनने के कारण ऐसीटिक अम्ल में घुल जाते हैं।

### 1. बेरियम आयन ($Ba^{2+}$) का परीक्षण

(क) पाँचवें समूह के अवक्षेप को ऐसीटिक अम्ल में घोलकर बने विलयन में पोटैशियम क्रोमेट का विलयन मिलाने से बोरियम क्रोमेट का पीला अवक्षेप प्राप्त होता है।

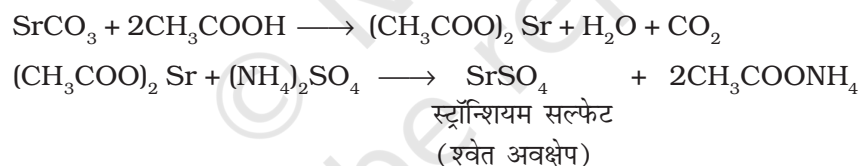
$$BaCO_3 + 2CH_3COOH \longrightarrow (CH_3COO)_2Ba + H_2O + CO_2$$

$$(CH_3COO)_2Ba + K_2CrO_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{बेरियम क्रोमेट} \\ \text{(पीला अवक्षेप)}}}{BaCrO_4} + 2CH_3COOK$$

(ख) **ज्वाला परीक्षण :** प्लैटिनम तार को सांद्र HCl में डुबोने के बाद तब तक तेज़ गरम करें जब तक यह अदीप्त ज्वाला को रंग देना बंद कर दे। अब तार को समूह-V के अवक्षेप के सांद्र HCl में बने पेस्ट में डुबोएं और ज्वाला में गरम करें। घास के रंग जैसी हरी ज्वाला $Ba^{2+}$ आयनों की उपस्थिति संपुष्ट करती है।

### 2. स्ट्रॉन्शियम आयन ($Sr^{2+}$) का परीक्षण

(क) पाँचवें समूह के अवक्षेप का ऐसीटिक अम्ल में बना विलयन, अमोनियम सल्फेट, $(NH_4)_2SO_4$ विलयन के साथ गरम करने और परखनली की दीवारों को काँच की छड़ से खरोंचने पर स्ट्रॉन्शियम सल्फ़ेट का श्वेत अवक्षेप देता है।

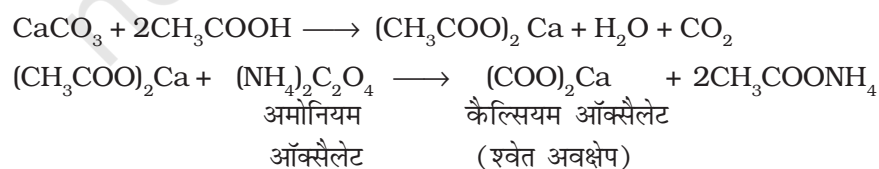
$$SrCO_3 + 2CH_3COOH \longrightarrow (CH_3COO)_2Sr + H_2O + CO_2$$

$$(CH_3COO)_2Sr + (NH_4)_2SO_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{स्ट्रॉन्शियम सल्फेट} \\ \text{(श्वेत अवक्षेप)}}}{SrSO_4} + 2CH_3COONH_4$$

(ख) **ज्वाला परीक्षण :** जैसे $Ba^{2+}$ आयनों के लिए दिया गया है वैसे ही ज्वाला परीक्षण करें। किरमिजी लाल ज्वाला $Sr^{2+}$ आयनों की उपस्थिति की संपुष्टि करती है।

### 3. कैल्सियम आयन ($Ca^{2+}$) का परीक्षण

(क) पाँचवें समूह के अवक्षेप का ऐसीटिक अम्ल में बना विलयन अमोनियम ऑक्सैलेट विलयन के साथ कैल्सियम ऑक्सैलेट का श्वेत अवक्षेप देता है।

$$CaCO_3 + 2CH_3COOH \longrightarrow (CH_3COO)_2Ca + H_2O + CO_2$$

$$(CH_3COO)_2Ca + \underset{\substack{\text{अमोनियम} \\ \text{ऑक्सैलेट}}}{(NH_4)_2C_2O_4} \longrightarrow \underset{\substack{\text{कैल्सियम ऑक्सैलेट} \\ \text{(श्वेत अवक्षेप)}}}{(COO)_2Ca} + 2CH_3COONH_4$$

(ख) **ज्वाला परीक्षण :** उपरोक्त विधि के अनुसार ज्वाला परीक्षण करें। कैल्सियम ज्वाला को ईंट जैसा लाल रंग प्रदान करता है जो नीले काँच से हरित-पीली दिखाई पड़ता है।

### (VII) समूह–VI के धनायन का विश्लेषण

यदि समूह-V अनुपस्थित हो तो $Mg^{2+}$ आयनों का परीक्षण निम्नलिखित प्रकार से करें।

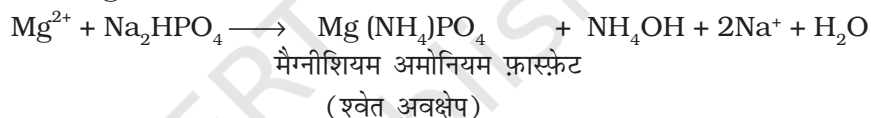
### समूह–VI के धनायन के संपुष्टि परीक्षण

#### मैग्नीशियम आयन ($Mg^{2+}$) का परीक्षण

(क) यदि समूह–V अनुपस्थिति हो तो विलयन में मैग्नीशियम कार्बोनेट हो सकता है, जो अमोनियम लवणों की उपस्थिति में जल में घुलनशील होता है क्योंकि साम्य दाहिनी ओर विस्थापित हो जाता है।

$$NH_4^+ + CO_3^{2-} \rightleftharpoons NH_3 + HCO_3^-$$

अवक्षेप बनने के लिए कार्बोनेट आयनों की आवश्यक सांद्रता प्राप्त नहीं हो पाती। जब डाइसोडियम हाइड्रोजनफ़ास्फ़ेट विलयन मिलाया जाता है और परखनली की भीतरी दीवारों को काँच की छड़ से खरोंचा जाता है तो मैग्नीशियम अमोनियम फ़ास्फ़ेट का क्रिस्टलीय अवक्षेप बनता है जो $Mg^{2+}$ आयनों की उपस्थिति इंगित करता है।

$$Mg^{2+} + Na_2HPO_4 \longrightarrow \underset{\substack{\text{मैग्नीशियम अमोनियम फ़ास्फ़ेट} \\ \text{(श्वेत अवक्षेप)}}}{Mg(NH_4)PO_4} + NH_4OH + 2Na^+ + H_2O$$

गुणात्मक विश्लेषण के प्रेक्षणों और अनुमानों को पृष्ठ 116-117 पर दिए गए नमूना रेकार्ड के अनुसार लिखें।

***नोट*** – *कभी-कभी मैग्नीशियम अमोनियम फ़ॉस्फ़ेट का अवक्षेप कुछ देर बाद प्राप्त होता है। इसलिए सोडियम हाइड्रोजन फ़ॉस्फ़ेट विलयन मिलाने के पश्चात विलयन को गरम करें और परखनली की दीवारों को खुरचें।*

### सावधानियाँ

(क) रसायन प्रयोगशाला में कार्य करते समय ऐप्रन, नेत्र-रक्षक चश्मा और दस्तानों का प्रयोग करें।

(ख) अभिकर्मक का प्रयोग करने से पहले बोतल पर लगे लेबल को ध्यानपूर्वक पढ़ें। बिना लेबल वाले अभिकर्मक का प्रयोग न करें।

(ग) आवश्यक अभिकर्मकों को न मिलाएं तथा रसायनों को नहीं चखें।

(घ) रसायनों और धूमों को सूंघते समय सावधान रहें। धूम को हमेशा धीरे से हाथ से पंखा करके नाक की ओर पहुँचाएं (चित्र 7.9)

(च) सोडियम धातु को न तो पानी में डालें और न ही सिंक अथवा कूड़ेदान में फेंकें।

(छ) तनुकरण के लिए अम्ल को पानी में मिलाएं। कभी भी जल को अम्ल में न मिलाएं।

(ज) परखनली को गरम करते हुए सावधान रहें। गरम करते समय अथवा अभिकर्मक मिलाते समय परखनली का मुँह आपकी ओर या पड़ोसी की ओर न रहे।

*चित्र 7.9 – गैस को कैसे सूंघें*

(झ) विस्फोटक यौगिकों, ज्वलनशील पदार्थों, विषैली गैसों, विद्युत उपकरणों, काँच के पात्रों, ज्वाला और गरम पदार्थों का उपयोग करते समय सावधान रहें।

(ट) अपने कार्यस्थल को साफ़ रखें। कागज़ और काँच को सिंक में न फेंकें। इसके लिए कूड़ेदान का प्रयोग करें।

(ठ) प्रयोगशाला कार्य के बाद हमेशा अपने हाथों को धोएं।

(ड) अभिकर्मकों की न्यूनतम मात्रा का प्रयोग करें। आधिक्य में उपयोग से, न केवल रसायनों का अपव्यय होता है, अपितु पर्यावरण को भी हानि पहुँचती है।

## विवेचनात्मक प्रश्न

(i) गुणात्मक और मात्रात्मक विश्लेषण में क्या अंतर है?

(ii) क्या हम ज्वाला परीक्षण में प्लैटिनम तार के स्थान पर काँच की छड़ का प्रयोग कर सकते हैं? अपने उत्तर का कारण बताएं।

(iii) ज्वाला परीक्षण में अन्य धातुओं की अपेक्षा प्लैटिनम धातु को प्रमुखता क्यों दी जाती है?

(iv) तनु $H_2SO_4$ की सहायता से ज्ञात किए जाने वाले ऋणायनों का नाम लिखिए।

(v) ऋणायनों को ज्ञात करते समय तनु HCl की अपेक्षा तनु $H_2SO_4$ को वरीयता क्यों दी जाती है?

(vi) सांद्र $H_2SO_4$ द्वारा ज्ञात किए जाने वाले ऋणायनों का नाम लिखिए।

(vii) सोडियम कार्बोनेट निष्कर्ष कैसे बनाया जाता है?

(viii) चूने का पानी क्या होता है और इसमें से कार्बन डाइऑक्साइड गैस प्रवाहित करने से क्या होता है?

(ix) कार्बन डाइऑक्साइड गैस और सल्फ़र डाइऑक्साइड गैस, दोनों ही चूने के पानी को दूधिया कर देती हैं। आप दोनों में अन्तर कैसे करेंगे?

(x) आप कार्बोनेट आयनों की उपस्थिति का परीक्षण कैसे करेंगे?

(xi) नाइट्रेटों के वलय परीक्षण में दो परतों के बीच बनने वाली भूरी वलय का संघटन क्या होता है?

(xii) सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड परीक्षण द्वारा संपुष्ट किए जाने वाले आयन का नाम बताइए।

(xiii) क्रोमिल क्लोराइड परीक्षण क्या है? आप कैसे सिद्ध करेंगे कि $CrO_2Cl_2$ अम्लीय प्रकृति का है?

(xiv) ब्रोमाइड और आयोडाइड क्रोमिल क्लोराइड जैसे परीक्षण क्यों नहीं देते?

(xv) ब्रोमाइड और आयोडाइड आयनों के लिए परत-परीक्षण का विवरण दीजिए।

(xvi) सिल्वर नाइट्रेट विलयनों को गहरे रंग की बोतलों में क्यों रखा जाता है?

(xvii) आप सल्फाइड आयन की उपस्थिति का परीक्षण कैसे करेंगे?

(xviii) आयोडीन स्टार्च विलयन के साथ नीला रंग क्यों देती है?

(xix) नेस्लर अभिकर्मक क्या है?

(xx) धनायनों के लिए मूल विलयन सांद्र $HNO_3$ या $H_2SO_4$ में क्यों नहीं बनाया जाता?

(xxi) प्रथम समूह के धनायनों को अवक्षेपित करने के लिए तनु HCl के स्थान पर सांद्र HCl का प्रयोग क्यों नहीं कर सकते?

(xxii) द्वितीय समूह के साथ समूह-IV के आयनों का अवक्षेपण कैसे रोका जा सकता है?

(xxiii) समूह-III के आयनों को अवक्षेपित करने से पहले $H_2S$ गैस को विलयन में से उबालकर निकालना आवश्यक क्यों है?

(xxiv) समूह-III को अवक्षेपित करने से पहले सांद्र नाइट्रिक अम्ल के साथ क्यों उबाला जाता है?

(xxv) क्या समूह-III में अमोनियम क्लोराइड के स्थान पर अमोनियम सल्फ़ाइड का प्रयोग किया जा सकता है?

(xxvi) समूह-V के धनायनों को अवक्षेपित करने के लिए $(NH_4)_2CO_3$ से पहले $NH_4OH$ को क्यों मिलाया जाता है?

(xxvii) कभी-कभी लवण में $Mg^{2+}$ मूलक न होने पर भी समूह-VI में श्वेत अवक्षेप क्यों प्राप्त हो जाता है?

(xxviii) ऐक्वारेजिया क्या है?

(xxix) एक ऐसे धनायन का नाम लिखिए जो धातु से प्राप्त नहीं होता।

(xxx) आप अमोनियम आयन की उपस्थिति का परीक्षण कैसे कर सकते हैं?

(xxxi) समूह-V के आयनों के परीक्षणों को $Ba^{2+}$, $Sr^{2+}$ और $Ca^{2+}$ क्रम में क्यों किया जाता है?

(xxxii) बोतल में रखा हुआ सांद्र $HNO_3$ पीला क्यों हो जाता है?

(xxxiii) समूह-V के परीक्षण से पहले विलयन को सांद्रित क्यों कर लेना चाहिए?

(xxxiv) सोडियम हाइड्रॉक्साइड विलयन की अभिकर्मक बोतल को बंद क्यों नहीं रखा जाता?

(xxxv) समान आयन प्रभाव से आप क्या समझते हैं?

(xxxvi) ज़िंक सल्फाइड समूह-II में अवक्षेपित क्यों नहीं होता?

# लवण विश्लेषण का नमूना रिकॉर्ड

## उद्देश्य

दिए गए लवण में उपस्थित एक ऋणायन और एक धनायन को ज्ञात करने के लिए विश्लेषण करना।

## आवश्यक सामग्री

- क्वथन नलियाँ, परखनलियाँ, परखनली होल्डर, परखनली स्टैंड, निकास नली, कॉर्क, निस्यंद-पत्र, अभिकर्मक।

| क्र. सं. | प्रयोग | प्रेक्षण | अनुमान |
|---|---|---|---|
| 1. | दिए गए लवण का रंग नोट किया | श्वेत | $Cu^{2+}$, $Fe^{2+}$, $Ni^{2+}$, $Co^{2+}$, $Mn^{2+}$ अनुपस्थित हैं। |
| 2. | लवण की गंध नोट की | कोई विशेष गंध नहीं। | $S^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $CH_3COO^-$ अनुपस्थित हो सकते हैं। |
| 3. | 0.5 g शुष्क लवण को शुष्क परखनली में गरम किया और निकलने वाली गैस के रंग को नोट किया तथा गरम और ठंडे अवशेष के रंग परिवर्तन को नोट किया। | (i) कोई गैस नहीं निकलती।<br>(ii) गरम और ठंडे अवशेष के रंग में कोई विशेष रंग परिवर्तन नहीं दिखा। | (i) $CO_3^{2-}$ उपस्थित हो सकता है, $NO_3^-$, $NO_2^-$, $Br^-$ अनुपस्थित हो सकते हैं।<br>(ii) $Zn^{2+}$ अनुपस्थित हो सकता है। |
| 4. | लवण का सांद्र HCl में लेप बनाया और ज्वाला परीक्षण किया। | ज्वाला का कोई विशेष रंग नहीं दिखाई देता। | $Ca^{2+}$, $Sr^{2+}$, $Ba^{2+}$ $Cu^{2+}$ अनुपस्थित हो सकते हैं। |
| 5. | लवण सफ़ेद होने के कारण बोरेक्स मनका परीक्षण नहीं किया। | — | — |
| 6. | 0.1 g लवण को 1 mL तनु $H_2SO_4$ के साथ गरम किया। | बुदबुदाहट नहीं होती और वाष्प नहीं निकलते। | $CO_3^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $S^{2-}$, और $NO_2^-$, $CH_3OO^-$ अनुपस्थित। |
| 7. | 0.1 g लवण को 1 mL सांद्र $H_2SO_4$ के साथ गरम किया। | कोई गैस नहीं निकली | $Cl^-$, $Br^-$, $I^-$, $NO_3^-$, $C_2O_4^-$ अनुपस्थित हैं। |
| 8. | 1mL जलीय विलयन को सांद्र $HNO_3$ से अम्लीकृत किया और सामग्री को 4-5 बूँदें अमोनियम मोलिब्डेट विलयन की मिलाने के बाद गरम किया। | पीला अवक्षेप प्राप्त नहीं होता। | $PO_4^{3-}$ अनुपस्थित। |
| 9. | लवण के जलीय विलयन को तनु HCl से अम्लीकृत करने के बाद 2mL $BaCl_2$ विलयन मिलाया। | श्वेत अवक्षेप प्राप्त होता है जो सांद्र $HNO_3$ एवं सांद्र HCl में अविलेय है। | $SO_4^{2-}$ उपस्थित। |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 10. | 0.1 g लवण को 2 mL NaOH विलयन के साथ गरम किया। | अमोनिया गैस नहीं निकलती। | $NH_4^+$ अनुपस्थित |
| 11. | 1 g लवण को 20 mL जल में घोल कर मूल विलयन बनाया। | पारदर्शी विलयन बना। | लवण जल में घुलनशील है। |
| 12. | उपरोक्त जलीय विलयन के थोड़े से भाग में 2 mL तनु HCl मिलाया। | श्वेत अवक्षेप नहीं बनता | समूह-I अनुपस्थित |
| 13. | चरण-12 के एक भाग में $H_2S$ गैस प्रवाहित की। | कोई अवक्षेप नहीं बनता | समूह-II अनुपस्थित |
| 14. | लवण श्वेत है अतः सांद्र $HNO_3$ के साथ गरम करने की आवश्यकता नहीं है। चरण 12 के विलयन में 0.2 g ठोस अमोनियम क्लोराइड मिलाने के बाद अमोनियम हाइड्रॉक्साइड मिलाया। | कोई अवक्षेप नहीं बनता | समूह-III अनुपस्थित |
| 15. | उपरोक्त विलयन में से $H_2S$ गैस प्रवाहित की। | कोई अवक्षेप नहीं बनता | समूह-IV अनुपस्थित |
| 16. | मूल विलयन में अमोनियम हाइड्रॉक्साइड आधिक्य में मिलाया और फिर 0.5 g अमोनियम कार्बोनेट मिलाया। | कोई अवक्षेप नहीं | समूह-V अनुपस्थित |
| 17. | मूल विलयन में अमोनियम हाइड्रॉक्साइड मिलाने के बाद डाइसोडियम हाइड्रोजन फॉस्फेट विलयन मिलाया, गरम किया और परखनली की सतह को खरोंचा। | श्वेत अवक्षेप | $Mg^{2+}$ संपुष्ट |

## परिणाम

दिए गए लवण में निम्नलिखित आयन उपस्थित हैं-

ऋणायन - $SO_4^{2-}$

धनायन - $Mg^{2+}$

## प्रयोग 7.2

### उद्देश्य

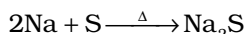
किसी कार्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन, सल्फर तथा हेलोजन का परीक्षण करना।

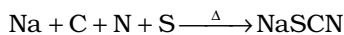
### सिद्धांत

अकार्बनिक यौगिकों के विपरीत कार्बनिक यौगिकों में अणु एक-दूसरे से सहसंयोजन आबंधों द्वारा जुड़े रहते हैं। अत: यह विलयन में आयनित नहीं होते। इसलिए कार्बनिक यौगिक में उपरोक्त तत्वों की उपस्थिति ज्ञात करने के लिए इसे सोडियम धातु के साथ संगलित करके आयनित हो सकने वाले सोडियम लवण बनाए जाते हैं। यद्यपि हम पोटैशियम धातु के साथ भी संगलित कर सकते हैं लेकिन हम सोडियम धातु का चयन करते हैं क्योंकि यह आसानी से उपलब्ध हो जाती है और इसकी अभिक्रिया पोटैशियम के मुकाबले आसानी से नियंत्रित की जा सकती है। कार्बनिक यौगिकों के सोडियम धातु के साथ संगलन में निम्नलिखित अभिक्रियाएँ होती हैं —

$$Na + C + N \xrightarrow{\Delta} NaCN$$

$$2Na + S \xrightarrow{\Delta} Na_2S$$

$$Na + X \xrightarrow{\Delta} NaX$$ (यहाँ X=CI, Br, I)

यदि कार्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन और सल्फर दोनों उपस्थित हों तो सोडियम थायोसायनेट (जिसे सोडियम सल्फोसायनाइड भी कहते हैं), बनता है।

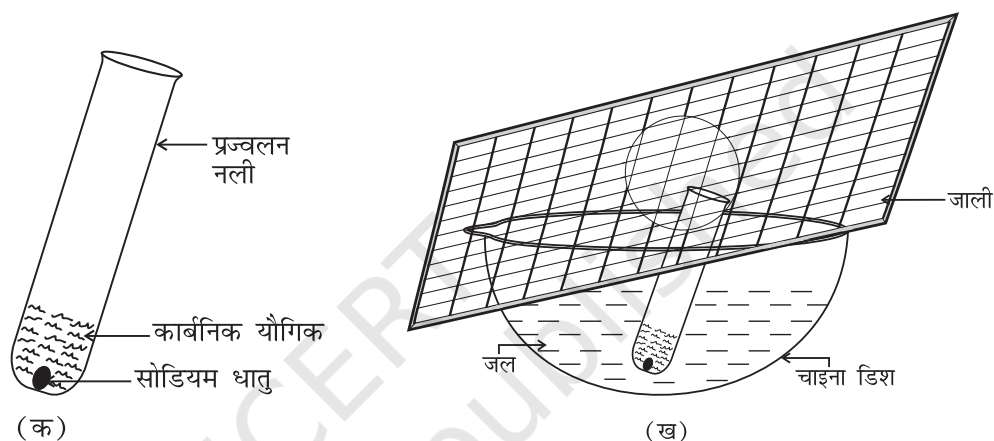
$$Na + C + N + S \xrightarrow{\Delta} NaSCN$$

सोडियम थायोसायनेट का बनना तभी संभव होता है जब सोडियम धातु कम मात्रा में होती है। कर्बनिक यौगिक को सोडियम धातु के साथ संगलित करने के पश्चात् उपलब्ध पदार्थ को जल में घोलने से बने विलयन को लैंसे निष्कर्ष कहते हैं।

### आवश्यक सामग्री

- उद्वाष्पन प्याली (चाइना डिश) - एक
- फनल (कीप) - एक
- तिपाया स्टैंड सिरेमिक केंद्र वाली जाली सहित - एक
- क्रूसिबल टॉन्ग्स - एक
- प्रज्वलन नली - आवश्यकतानुसार
- परखनलियाँ - आवश्यकतानुसार
- कर्बनिक यौगिक - 100 g
- आसुत जल - 30 mL
- मिट्टी के तेल मे भंडारित सोडियम धातु - आवश्यकतानुसार

## प्रक्रिया

### (क) सोडियम निष्कर्ष या लैंसे निष्कर्ष बनना

(1) सोडियम धातु को निस्यंदन पत्र की परतों के बीच में सुखा लें। एक चाकू की सहायता से इसका छोटा-सा टुकड़ा काट कर प्रज्वलन नली में डालें। प्रज्वलन नली को हल्का-सा गरम करके व धातु को पिघलाएँ जिससे उसकी साफ़ सतह दिखने लगे। पिघलाने से धातु की एक चमकती हुई गोली बन जाती है। अब प्रज्वलन नली को थोड़ा सा ठंडा करके उसमें इतना कर्बनिक यौगिक डालें कि सोडियम धातु पुरी तरह से ढक जाए जैसा कि चित्र 7.10 (क) में दिखाया गया है ।

*चित्र 10 – (क) कर्बनिक यौगिक से सोडियम धातु ढकना*
*(ख) प्रज्वलन नली को संगलन के पश्चात जल में डालना*

(2) प्रज्वलन नली को ज्वाला में हल्का-सा गरम करें और अभिक्रिया प्रारंभ होते ही ज्वाला में से हटा लें। इसे तब तक ज्वाला से बाहर रखें जब तक अभिक्रिया रुक न जाए। इसके बाद गरम करना जारी रखें। प्रक्रिया को यौगिक की अभिक्रिया संपूर्ण होने तक बार-बार दोहराएँ। अभिक्रिया संपूर्ण होने के पश्चात् प्रज्वलन नली को लाल होने तक गरम करें।

(3) लाल गरम प्रज्वलन नली को जल्दी से चाइना डिश में लिए गए 15 mL आसुत जल में डुबा दें। नली को जल में ही तोड़ दें। यही प्रक्रिया दो-तीन बार दोहराएँ जिससे पर्याप्त सांद्रता का लैंसे निष्कर्ष प्राप्त हो जाए।

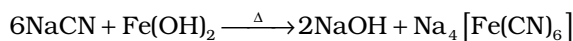
(4) चाइना डिश की सामग्री को लगभग दस मिनट तक गरम करके विलयन को निस्यंदित कर लें। इस प्रकार से प्राप्त निस्यंद को लैंसे निष्कर्ष या सोडियम निष्कर्ष कहते हैं। यह संगलन के समय बचे हुए सोडियम की जल के साथ अभिक्रिया से बने सोडियम हाइड्रॉक्साइड के कारण क्षारीय होता है।

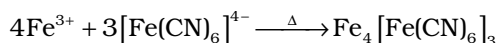
### (ख) नाइट्रोजन का परीक्षण

(1) परखनली में लगभग 1 mL सोडियम निष्कर्ष लेकर इसमें ताजा बने फेरस सल्फेट के संतृप्त विलयन की तीन-चार बूँदें या फेरस सल्फेट के कुछ क्रिस्टल मिलाएँ।

(2) चरण (1) में प्राप्त मिश्रण को उबालें और फिर विलयन को ठंडा कर लें। फेरस हाइड्रॉक्साइड का हरा अवक्षेप बनेगा। यदि ऐसा न हो तो सोडियम हाइड्रॉक्साइड की कुछ बूँदें मिलाकर विलयन को दोबारा गरम करें और फिर ठंडा कर लें।

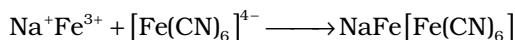
(3) चरण (2) में प्राप्त विलयन को तनु सल्फ्यूरिक अम्ल की कुछ बूँदें मिलाकर अम्लीकृत करें और हल्का-सा गरम करके इसमें फेरिकक्लोराइड विलयन की कुछ बूँदें मिलाएँ। प्रशियन नील का अवक्षेप अथवा नीला या हरा रंग प्राप्त होना नाइट्रोजन की उपस्थिति इंगित करता है।

$$6NaCN + Fe(OH)_2 \xrightarrow{\Delta} 2NaOH + Na_4[Fe(CN)_6]$$

सोडियम (I) हेक्सासायनिडोफेरेट (II)

$$4Fe^{3+} + 3[Fe(CN)_6]^{4-} \xrightarrow{\Delta} Fe_4[Fe(CN)_6]_3$$

प्रशियन नील या

आयरन (III) हेक्सासायनिडोफेरेट (II)

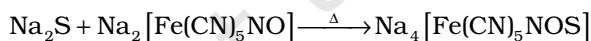
यदि विलयन में सोडियम हेक्सासायनिडोफेरेट (II) की अधिकता हो तो फेरिक क्लोराइड विलयन मिलाने से नीले रंग का घुलनशील सोडियम (I) आयरन (III) हेक्सासयनिडोफेरेट (II) बनता है।।

$$Na^{+}Fe^{3+} + [Fe(CN)_6]^{4-} \longrightarrow NaFe[Fe(CN)_6]$$

सोडियम (I) आयरन (III) हेक्सासायनिडोफेरेट (II)

यदि संगलन में बने ($CN^-$) आयनों की मात्रा कम हो तो पहले हरा विलयन बनता है जो रखा रहने पर प्रशियन नील देता है। तनु सल्फयूरिक अम्ल की उपस्थिति में वायु में उपस्थित ऑक्सीजन द्वारा फेरस सल्फेट के ऑक्सीकरण से फेरिक आयन बनते हैं इसलिए कभी-कभी फेरिक क्लोराइड विलयन मिलाने की आवश्यकता नहीं होती। जब सल्फर और नाइट्रोजन दोनों उपस्थित होते हैं तब रक्त लाल रंग प्राप्त होता है। यह परीक्षण इसी खंड में बाद में दिया गया है।

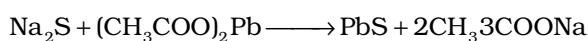
### (ग) नाइट्रोजन की अनुपस्थिति में सल्फर का परीक्षण

(I) एक परखनली में लगभग 1 mL सोडियम निष्कर्ष लेकर उसमें सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड विलयन की कुछ बूँदें मिलाकर हिलाएँ। नीललोहित बैंगनी रंग उत्पन्न होना सल्फर की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

$$Na_2S + Na_2[Fe(CN)_5NO] \xrightarrow{\Delta} Na_4[Fe(CN)_5NOS]$$

सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड — सोडियम थायोनाइट्रोप्रुसाइड

(नीललोहित बैंगनी रंग)

(II) उपरोक्त विलयन में लेड ऐसीटेट विलयन की कुछ बूँदें मिलाएं। काले रंग का अवक्षेप प्राप्त होना सल्फर की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

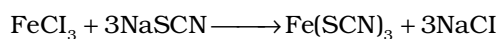
$$Na_2S + (CH_3COO)_2Pb \longrightarrow PbS + 2CH_33COONa$$

काला अवक्षेप

### (घ) नाइट्रोजन और सल्फर की एक साथ उपस्थिति का परीक्षण

जब किसी कार्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन और सल्फर एक साथ उपस्थित होते हैं तो सोडियम धातु के साथ संगलन में सोडियम थायोसायनेट बनने की संभावना होती है।

(1) 1mL सोडियम निष्कर्ष लेकर उसे तनु हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अम्लीकृत करें।

(2) उपरोक्त विलयन में फेरिक क्लोराइड की कुछ बूँदें मिलाकर अच्छी तरह से हिलाएँ। रक्त लाल रंग का उत्पन्न होना कार्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन और सल्फर दोनों की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

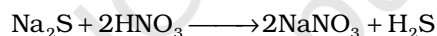
$$FeCl_3 + 3NaSCN \longrightarrow \underset{\text{रक्त लाल रंग}}{Fe(SCN)_3} + 3NaCl$$

### (च) हैलोजन का परीक्षण

#### (I) $AgNO_3$ विलयन द्वारा हैलोजन का परीक्षण

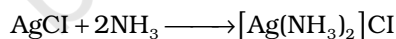
(1) यदि कर्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन और सल्फर दोनों उपस्थित हों तो 1mL सोडियम निष्कर्ष में सांद्र नाइट्रिक अम्ल की कुछ बूँदें मिलाकर अम्लीकृत करें।

(2) उपरोक्त विलयन को 1–2 मिनट तक उबालें जिससे नाइट्रोजन की उपस्थिति के कारण बने NaCN से बनी HCN गैस और सल्फर की उपस्थिति के कारण बने $Na_2S$ से बनी $H_2S$ गैस निकल जाए।

$$NaCN + HNO_3 \longrightarrow NaNO_3 + HCN$$

$$Na_2S + 2HNO_3 \longrightarrow 2NaNO_3 + H_2S$$

(3)(a) विलयन को ठंडा करें और इसमें $AgNO_3$ विलयन मिलाएँ। यदि अमोनियम हाइड्रॉक्साइड में घुलनशील सफेद रंग का अवक्षेप बने तो यह कार्बनिक यौगिक में क्लोरीन की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

$$Ag^+ + Cl^- \longrightarrow AgCl$$

$$AgCl + 2NH_3 \longrightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl$$

$NH_4OH$ विलयन से घुलनशील

(b) यदि पीले रंग का अवक्षेप बने जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में आंशिक रूप से घुलनशील हो तो यह कार्बनिक यौगिक में ब्रोमीन की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

(c) यदि गहरे पीले रंग का अवक्षेप बने जो अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में अघुलनशील हो तो यह कार्बनिक यौगिक में आयोडीन की उपस्थिति सुनिश्चित करता है।

**आपदा चेतावनी**

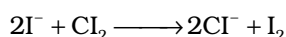
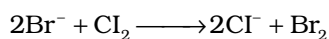
- विस्फोट से बचने के लिए AgCl/AgBr/AgI के अवक्षेपों के अमोनियम हाइड्रॉक्साइड में घोलने से बने विलयन को 2M नाइट्रिक अम्ल से अम्लीकृत करके तुरंत ठीक प्रकार से फेंक दें।

### (II) ब्रोमीन और आयोडीन की उपस्थिति के लिए परत परीक्षण

(1) यदि कर्बनिक यौगिक में नाइट्रोजन और सल्फर दोनों उपस्थित हों तो 1 mL सोडियम निष्कर्ष सांद्र नाइट्रिक अम्ल की कुछ बूँदें मिलाकर अम्लीकृत करके 1-2 मिनट तक उबालें।

(2) अब विलयन को कक्ष ताप तक ठंडा करके उसमें थोड़ा-सा $CCl_4/CS_2$ मिलाकर इसमें क्लोरीन जल अधिकता में मिलाएँ और विलयन को ज़ोर से हिलाएँ हेलोजन की उपस्थिति में निम्नलिखित अभिक्रिया होती है —

$$2Br^- + Cl_2 \longrightarrow 2Cl^- + Br_2$$

$$2I^- + Cl_2 \longrightarrow 2Cl^- + I_2$$

यदि कार्बन टेट्राक्लोराइड की परत नारंगी रंग की हो जाए तो ब्रोमीन की उपस्थिति इंगित होती है और परत में नीललोहित बैंगनी रंग उभरे तो आयोडीन की उपस्थिति इंगित होती है।



### सावधानियाँ

(क) सोडियम धातु अति क्रियाशील है इसलिए इसे सावधानी से उपयोग करें । कभी भी सोडियम धातु को हाथ से न छुएं ।

(ख) उपयोग करने से पहले सोडियम धातु को निस्यंद पत्र की परतों में रख कर सुखा लें ।

(ग) संगलन के लिए उपयोग में लाने से पहले यह सुनिश्चित कर लें कि प्रज्वलन नली सुखी हुई है । प्रज्वलन नली में नमी की उपस्थिति से सोडियम धातु के साथ अभिक्रिया अत्यधिक उग्र हो सकती है ।

(घ) संगलन के लिए सदैव सोडियम धातु का छोटा टुकड़ा लें क्योंकि अभिक्रिया में बचा हुआ सोडियम प्रज्वलन नली को जल में तोड़ते समय उग्र अभिक्रिया कर सकता है ।

(च) लैंसे निष्कर्ष बनाने के लिए केवल आसुत जल का ही उपयोग करें ।

(छ) हैलोजनों का परीक्षण करने के लिए केवल आसुत जल का ही उपयोग करें ।

(ज) AgCl/AgBr/AgI के अवक्षेपों को अमोनियम हाइड्रॉक्साइड विलयन में विलेयता का परीक्षण करने के पश्चात् विलयन को 2ड नाइट्रिक अम्ल से अम्लीकृत करके ठीक प्रकार से तुरंत फेंक दें, जिससे विस्फोट से बचा जा सके।

(झ) सोडियम नाइट्रोप्रुसाइड जलीय विलियन में स्थायी नहीं रहता अतः हर बार परिक्षण के लिए ताजा विलियन बनाना चाहिए।

## विवेचनात्मक प्रश्न

(i) स्पष्ट कीजिए कि सोडियम निष्कर्ष क्षारकीय क्यों होता है?

(ii) कार्बनिक यौगिकों में तत्वों की उपस्थिति का परीक्षण करने के लिए सोडियम निष्कर्ष क्यों बनाया जाता है?

(iii) हेलोजन के परीक्षण से पूर्व सोडियम निष्कर्ष को सांद्र नाइट्रिक अम्ल के साथ क्यों उबाला जाता है?

(iv) ब्रोमीन और आयोडीन के परीक्षण के लिए क्लोरीन जल क्यों मिलाया जाता है? क्या इसके स्थान पर किसी दूसरे अभिकर्मक का उपयोग किया जा सकता है?

(v) निम्नलिखित अभिक्रियाओं को इलेक्ट्रोड विभव की अवधारणा द्वारा उचित, सिद्ध करिए ।

(i) $2Br^- + CI_2 \longrightarrow 2CI^- + Br_2$

(ii) $2I^- + CI_2 \longrightarrow 2CI^- + I_2$

(vi) क्या ब्रोमीन जल मिलाकर सोडियम क्लोराइड से क्लोरीन निकाली जा सकती है?

(vii) कारण सहित बताइए कि AgCl और $[Ag(NH_3)_2]Cl$ में से किस पदार्थ का विलेयता गुणनफल अधिक है?

(viii) क्या संगलन अभिक्रिया में सोडियम धातु के स्थान पर किसी सोडियम लवण का उपयोग किया जा सकता है? यदि ऐसा है तो यौगिक का नाम लिखिए।